

**VARIASI PENAMBAHAN KOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 anatas-
 K_2O /ZEOLIT PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK
UNTUK PEMBUATAN BIODIESEL**

SKRIPSI

Oleh:
MOHAMMAD LUTFI ALFIAN
NIM. 12630055



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

**VARIASI PENAMBAHAN KOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 anatas-
 K_2O /ZEOLIT PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK
UNTUK PEMBUATAN BODIESEL**

SKRIPSI

Oleh:
MOHAMMAD LUTFI ALFIAN
NIM. 12630055

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si.)

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

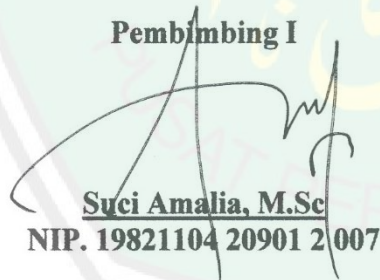
**VARIASI PENAMBAHAN KOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 anatase-
 K_2O /ZEOLIT PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK
UNTUK PEMBUATAN BODIESEL**

SKRIPSI

Oleh:
MOHAMMAD LUTFI ALFIAN
NIM. 12630055

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 23 Januari 2017

Pembimbing I


Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 20901 2 007

Pembimbing II


Akyunul Jannah, M. P.
NIP. 19750410 20501 2009

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**VARIASI PENAMBAHAN KOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 anatase-
 K_2O /ZEOLIT PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK
UNTUK PEMBUATAN BODIESEL**

SKRIPSI

Oleh:
MOHAMMAD LUTFI ALFIAN
NIM. 12630055

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 23 Januari 2017

Penguji Utama : A. Ghanaim Fasya, M. Si
NIP. 19820616 200604 1 002

(.....)

Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M. Si
NIDT. 201309102 2 317

(.....)

Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

(.....)

Anggota Penguji : Akyunul Jannah, M. P
NIP. 19750410 200501 2 009

(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Mohammad Lutfi Alfian
NIM : 12630055
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : Variasi Penambahan Komposit TiO₂anatas-K₂O/Zeolit
pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak untuk
Pembuatan Biodiesel

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka. Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 3 Maret 2017



buat pernyataan,

Mohammad Lutfi Alfian
Mohammad Lutfi Alfian
NIM. 12630055

KATA PENGANTAR



Alhamdulillah dengan rasa syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, yang mana dengan limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan semaksimal mungkin, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga dari apa yang kami upayakan ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita, Nabi Muhammad SAW yang karena ajaran beliau kita dapat menuju jalan yang lurus, jalan yang diridhoi dan bukan jalan orang sesat yang dimurkai. Semoga Allah melimpahkan kepada beliau, rahmat yang sesuai dengan keutamaan sebagai pahala atas amal perbuatan beliau, serta kepada semua keluarga, sahabat, para pengikut dan juga pencintanya.

Penyusunan skripsi ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan tugas akhir di Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini tidak lepas dari bimbingan, nasehat, petunjuk serta bantuan dari semua pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penulisan skripsi ini sampai dengan selesai disusun, yang tidak bisa kami sebutkan satu persatu.

Teriring do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penulis, mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua dan dapat digunakan sebagai syarat untuk menyelesaikan tugas akhir di Jurusan Kimia ini. Amin.

Malang, 3 Maret 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN	iv
HALAMAN DAFTAR ISI.....	v
HALAMAN DAFTAR TABEL	vii
HALAMAN DAFTAR GAMBAR.....	viii
HALAMAN DAFTAR LAMPIRAN	ix
ABSTRAK	x
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	5
1.3. Tujuan Penelitian	5
1.4. Batasan Masalah	5
1.5. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Biodiesel	7
2.2 Proses Pembuatan Biodiesel	9
2.2.1 Reaksi Esterifikasi.....	9
2.2.2 Reaksi Transesterifikasi	9
2.3 Katalis Reaksi Transesterifikasi	12
2.3.1 Katalis Zeolit Alam Malang.....	12
2.3.2 Katalis KOH/Zeolit	14
2.3.3 Fotokatalis Titanium Dioksida.....	16
2.4 Zeolit dan Biji Tanaman dalam Perspektif Al-Qur'an	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Pelaksanaan Penelitian.....	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan.....	23
3.3 Tahapan Penelitian.....	23
3.4 Prosedur Penelitian	24
3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam	24
3.4.2 Impregnasi KOH pada Zeolit	24
3.4.3 Sintesis Komposit Fotokatalis TiO ₂ anatas-K ₂ O/Zeolit.....	25
3.4.4 Karakterisasi Komposit TiO ₂ anatas-K ₂ O/Zeolit	25
3.4.4.1 Karakterisasi dengan XRD	25
3.4.4.2 Karakterisasi dengan FTIR.....	25
3.4.5 Uji Pengaruh Variasi Penambahan Fotokatalis.....	26
3.4.5.1 Proses Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak	26
3.4.5.2 Analisis Produk Hasil Reaksi	26
3.4.6 Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi.....	27
3.4.6.1 Analisis Kadar Air.....	27
3.4.6.2 Analisis Asam Lemak Bebas.....	28

3.4.6.3 Analisis Penentuan Densitas	28
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Analisis Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang	29
4.2 Impregnasi KOH pada Zeolit	30
4.3 Sintesis Komposit Fotokatalis TiO ₂ anatas-K ₂ O/Zeolit	31
4.4 Karakterisasi Komposit TiO ₂ anatas-K ₂ O/Zeolit	32
4.4.1 Karakterisasi dengan XRD	32
4.4.2 Analisis Karakterisasi dengan FTIR	34
4.5 Uji Pengaruh Variasi Penambahan Fotokatalis	36
4.5.1 Proses Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak	36
4.5.2 Analisis Produk Hasil Reaksi	39
4.5.2.1 Analisis FTIR	39
4.5.2.2 Analisis GC-MS	41
4.6 Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi	52
4.7 Integrasi penelitian dengan Islam	52
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran.....	55
DAFTAR PUSTAKA	56
LAMPIRAN	62

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Penurunan tingkat polusi menggunakan biodiesel.....	7
Tabel 2.2 Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI	8
Tabel 2.3 Metil ester hasil analisis GC-MS	12
Tabel 2.4 Hasil karakterisasi XRF zeolit alam Malang	13
Tabel 3.1 Komposisi reaksi transeserifikasi.....	26
Tabel 3.2 Pengondisian instrumen GC-MS	27
Tabel 4.1 Hasil karakterisasi XRD pada komposit TiO ₂ anatas-K ₂ O/zeolit.....	33
Tabel 4.2 Serapan IR komposit K ₂ O/zeolit dan TiO ₂ anatas-K ₂ O/zeolit.....	35
Tabel 4.3 Rendamen produk hasil reaksi	40
Tabel 4.4 Intepretasi gugus fungsi pada produk hasil reaksi	44
Tabel 4.5 Hasil GC produk reaksi pada penambahan 15% fotokatalis	44
Tabel 4.6 Komposisi biodiesel berdasarkan hasil GC-MS	51
Tabel 4.7 Analisis biodiesel hasil reaksi	52

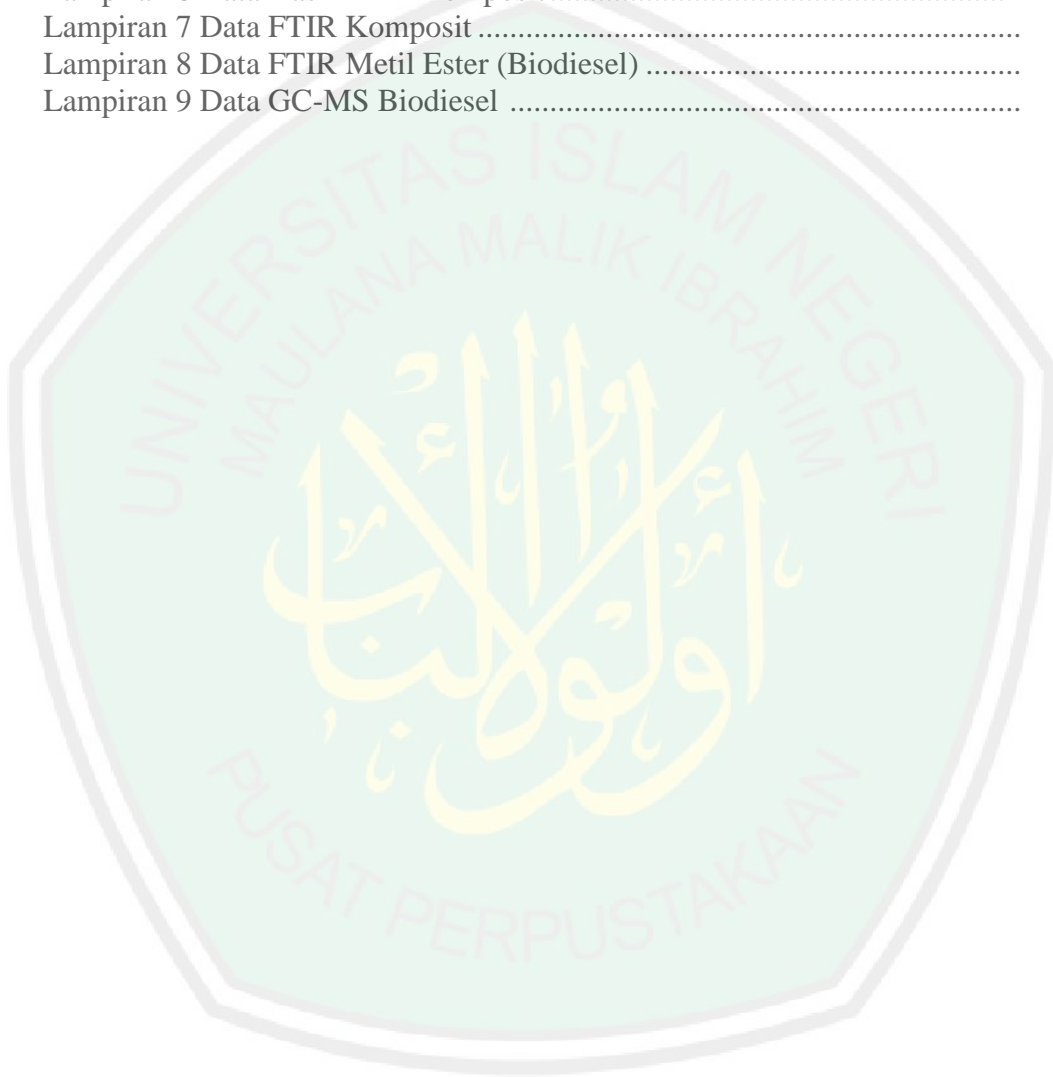


DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Spektra FTIR metil ester	11
Gambar 2.2 Struktur zeolit modernit	12
Gambar 2.3 Difaktogram zeolit alam Malang	14
Gambar 2.4 Hasil XRD K ₂ O/Zeolit	16
Gambar 2.5 Reaksi Elektron dan Hole pada Fotokatalis	17
Gambar 2.6 Spektra FTIR senyawa TiO ₂ /Zeolit	20
Gambar 4.1 Mekanisme Aktivasi dengan HCl	29
Gambar 4.2 Mekanisme Impregnasi pada Zeolit	30
Gambar 4.3 Pola XRD Zeolit (a), K ₂ O/Zeolit (b), TiO ₂ -K ₂ O/Zeolit (c)	34
Gambar 4.4 Spektra FTIR Komposit K ₂ O/Zeolit dan TiO ₂ -K ₂ O/Zeolit.....	35
Gambar 4.5 Reaksi Elektron dan Hole pada Fotokatalis	37
Gambar 4.6 Mekanisme Reaksi Radikal Menjadi Metil Ester.....	38
Gambar 4.7 Pembentukan Ion Metoksida.....	38
Gambar 4.8 Pembentukan Metil Ester	39
Gambar 4.9 Spektra FTIR Minyak Jarak dan Produk Reaksi.....	40
Gambar 4.10 Kromatogram pada Penambahan 10% Fotokatalis	42
Gambar 4.11 Spektra Massa Rt 26,612 Diprediksi Metil Risinoleat.....	42
Gambar 4.12 Perkiraan Pola Fragmentasi Metil Risinoleat.....	43
Gambar 4.13 Kromatogram pada Penambahan 15% Fotokatalis	44
Gambar 4.14 Spektra Massa tR 19,235 Dipredisi Metil Palmitat.....	45
Gambar 4.15 Perkiraan Pola Frangmentasi Metil Palmitat.....	45
Gambar 4.16 Spektra Massa tR 22,268 Diprediksi Asam Linoleat	46
Gambar 4.17 Perkiraan Pola Frangmentasi Asam Linoleat	46
Gambar 4.18 Spektra Massa tR 22,869 Diprediksi Metil Linoleat.....	47
Gambar 4.19 Perkiraan Pola Frangmentasi Metil Linoleat	47
Gambar 4.20 Spektra Massa tR 23,013 Diprediksi Metil Oleat	47
Gambar 4.21 Perkiraan pola frangmentasi metil oleat	48
Gambar 4.22 Spektra massa tR 23,559 Diprediksi Metil Stearat	48
Gambar 4.23 Perkiraan Pola Fragmentasi Metil Stearat.....	48
Gambar 4.24 Spektra Massa tR 26,616 Diprediksi Metil Risinoleat.....	49
Gambar 4.25 Kromatogram Penambahan 20% Fotokatalis.....	50
Gambar 4.26 Spektra massa tR 22,331 Diprediksi Metil Linoleat	50
Gambar 4.27 Spektra massa tR 26,600 Diprediksi Metil Risinoleat	50

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema Kerja	62
Lampiran 2. Diagram Alir.....	63
Lampiran 3 Perhitungan	67
Lampiran 4 Pola Fragmentasi	73
Lampiran 5 Dokumentasi.....	81
Lampiran 6 Data Hasil XRD Komposit.....	83
Lampiran 7 Data FTIR Komposit	87
Lampiran 8 Data FTIR Metil Ester (Biodiesel)	89
Lampiran 9 Data GC-MS Biodiesel	93



ABSTRAK

Alfian. Mohammad. L. 2017. **Variasi Penambahan Komposit Fotokatalis TiO₂anatas-K₂O/zeolit pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak untuk Pembuatan Biodiesel**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc.; Pembimbing II: Akyunul Jannah, M.P.; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci: TiO₂anatas-K₂O/zeolit, Variasi penambahan komposit, Transesterifikasi, Minyak jarak, Biodiesel.

Biodiesel merupakan sumber energi alternatif pengganti bahan bakar fosil. Proses pembuatan biodiesel telah dilakukan melalui reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan variasi penambahan komposit fotokatalis TiO₂anatas-K₂O/zeolit sebesar 10, 15 dan 20 % dari berat minyak. Sintesis komposit diawali dengan aktivasi zeolit menggunakan HCl 6 M. Kemudian dimpregnasi dengan KOH 20 %. Selanjutnya pengembunan TiO₂ pada zeolit dengan metode Hidrotermal. Komposit dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR. Munculnya puncak K₂O dan TiO₂ pada difaktogram XRD dan vibrasi Ti-O-Ti pada spektra FTIR menunjukkan sintesis berhasil dilakukan. Reaksi dilakukan pada suhu ruang selama 4 jam dengan perbandingan mol minyak dan metanol 1:7. Produk reaksi dianalisis dengan FTIR dan GC-MS. Hasil analisis menunjukkan bahwa kondisi terbaik penambahan komposit fotokatalis adalah 15 % dengan kadar biodiesel sebesar 66,479 %. Karakteristik biodiesel yang dihasilkan pada penambahan 15 % fotokatalis ini yaitu meliputi kadar air 2,80 %, kadar asam lemak bebas 0,107 mg-KOH/g dan densitas 0,939 g/mL.

المُلخَص

ألفيان، مُحَمَّد ل . ٢٠١٧ . تأثير إختلافات زيادة المركب TiO_2 أنتاسي- K_2O / زيوليت الضوى في رد فعل ترن - استرة زيت الخروع لإنتاج وقود الديزل الحيوى. البحث الجامعي . قسم علم الكيمياء . كلية العلوم والتكنولوجيا . جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج . المشرقة ١ : سوجي عمليّة الماجستير . المشرقة ٢ : أعيون الجنة الماجستير . المشرقة : سوسي نور الخالفة الماجستير .

الكلمة الرئيسية: TiO_2 أنتاسي- K_2O / زيوليت, زيت الخروع , إختلاف زيادة المركب , ترن - استرة , وقود الديزل الحيوى

وقود الديزل الحيوى هي الطاقة البديلة التي يمكن استخدامها للتبديل ووقود الأحفوري. تُصنع وقود الديزل الحيوى بطريقة رد فعل ترن - استرة زيت الخروع مع إختلافات زيادة المركب TiO_2 أنتاسي- K_2O / زيوليت الضوى من ١٠ و ١٥ و ٢٠ % من وزن زيت الخروع. يبدأ تصنيع المركب بتفعيل كيميائية زيوليت باستخدام حمض الهيدروكلوريك ٦ M. ثم يُنقع في هيدروكسيد البوتاسيوم ٢٠ % . ثم يُضاف TiO_2 عليها بطريقة حرارية المائية . ثم تُحللها بأداة FTIR و XRD . تُعرف منهما القمتان من K_2O و TiO_2 . هما تدلون أنّ المركب قد تم تصنيعه بنجاح . كان رد فعل ترن - استرة تُفعل عند درجة حرارة العرقة لمدة أربع ساعات مع النسبة بين زيت الخروع والميثانول ١:٧ . و تُحلل المنتوج من رد فعل ترن - استرة بأداة FTIR و GC-MS . منهما تُعرف أنّ الظروف المثالية لزيادة المركب هي ١٥ % من وزن زيت الخروع بالمنتوج ٦٨,٣٨٩ % من وزن زيت الخروع بالمنتوج ٦٨ , ٣٨٩ % من وقود الديزل الحيوى . و كان الخصائص منها الأحماض الدهنية الحرة ٣٧٩,٢٦ مليغرام-KOH/ غرام و المحتوى المائي ٢,٨٠ % و الكثافة ٠,١٠٧ غرام/ملييلتر.

ABSTRACT

Alfian. Mohammad. L. 2017. **Variation in Addition Composites of Photocatalyst TiO₂anatase-K₂O/zeolite in Transesterification Castor Oil for Produce Biodiesel.** Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc.; Supervisor II: Akyunul Jannah, M.P.; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Key word: TiO₂anatase-K₂O/zeolite, Variation in addition composite, Castor Oil, Transesterification, Biodiesel.

Biodiesel is an alternative energy. The transesterification process of castor oil to methyl ester (biodiesel) was studied using composites TiO₂anatase-K₂O/zeolite as photocatalyst with various adding of 10,15 and 20 % weight of oil. Composites synthesized through activation zeolite by using 6 M HCl. Continued with impregnated using 20 % of KOH. Zeolite supported on TiO₂ using hydrothermal methods. The composites characterized XRD and FTIR. The peak of K₂O and TiO₂ was showed in diffractogram of XRD, The vibrations of Ti-O-Ti was showed in spectra FTIR, the synthesis was successful. The condition reaction at room temperature for 4 hours with the ratio between oil and methanol 1 : 7. Biodiesel analyzed FTIR and GC-MS. The analysis was showed the variation of adding composites photocatalyst is 15 % with the yield of biodiesel 66,479 %. The characteristic of biodiesel 15 % photocatalyst has value water content 2,80 %, free fatty acid 0,107 mg-KOH/g and the density 0,939 g/mL.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Penggunaan bahan bakar fosil dari tahun ketahun semakin meningkat. Tanpa adanya sumber-sumber energi alternatif, maka cadangan minyak bumi diperkirakan hanya cukup untuk 30-50 tahun lagi. Salah satu alternatif sebagai pengganti bahan bakar minyak adalah biodiesel. Peningkatan produksi biodiesel sebesar 2% setiap tahunnya dimulai pada tahun 2016, maka Indonesia dapat melewati krisis energi bahan bakar motor diesel pada tahun 2053 (Kunchahyo dkk. 2013). Biodiesel memiliki keunggulan dibandingkan dengan minyak diesel yaitu: merupakan sumber daya energi terbarukan, tidak bersifat toksik, ramah lingkungan karena bahan baku tidak mengandung sulfur serta emisi (CO_x dan particular matter) rendah (Widyanti, dkk., 2002).

Penggunaan biodiesel sebagai sumber energi alternatif merupakan suatu bentuk pengaplikasian dari surat Yaasin ayat 80. Secara jelas Allah telah memberikan solusi terhadap kelangkaan minyak bumi dalam firmanNya:

الَّذِي جَعَلَ لَكُمْ مِنَ الشَّجَرِ الْأَخْضَرِ نَارًا فَإِذَا أَنْتُمْ مِنْهُ تُوقِدُونَ (٨٠)

Artinya: Allah yang menjadikan api untukmu dari pohon-pohon hijau basah, maka seketika itu kamu nyalakan api dari pohon-pohon itu (QS. Yaasin: 80).

Lafadz (الشَّجَرِ الْأَخْضَرِ) adalah pohon yang masih segar dan basah bukan pohon yang sudah kering. Faktanya sulit sekali menyalakan api dari pohon yang masih basah dan hijau. Berdasarkan fakta sains modern, Ramli, dkk. (2015) menjelaskan

bahwa lafadz (الشَّجَرِ الْأَخْضَرِ) ditafsiri sebagai bahan yang digunakan sebagai sumber tenaga atau sumber bahan bakar (نَارًا). Hal ini sangat relevan jika dikaitkan dengan penemuan biodiesel yang terbuat dari minyak pada biji tumbuhan yang masih segar dan basah (الشَّجَرِ الْأَخْضَرِ).

Biodiesel terbuat dari sumber daya hayati terbarukan seperti minyak nabati atau lemak hewani. Biji Jarak merupakan salah satu bahan pembuatan biodiesel. Pohon jarak memiliki kemampuan sangat cepat tumbuh, struktur akarnya mampu menahan erosi dan sangat toleran terhadap jenis tanah dan iklim (Sudrajad, 2003). Selain itu minyak jarak bersifat sangat beracun dan kandungan asam lemak essensialnya sangat rendah sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak pangan (Ketaren, 1986). Untuk menambah nilai kemanfaatan tanaman jarak, maka digunakanlah sebagai bahan baku utama pembuatan biodiesel yang saat ini menjadi prioritas pemerintah Indonesia (Rustamaji, dkk., 2010).

Salimon, dkk. (2010), menjelaskan kandungan terbesar minyak jarak adalah trigliserida yang tersusun dari asam risionelat dan sedikit kadar asam lemak bebasnya. Kandungan asam lemak bebas yang sedikit, proses konversi biodiesel dari minyak jarak dapat menggunakan reaksi transesterifikasi. Reaksi tersebut akan berjalan sangat lambat tanpa katalis. Corro, dkk. (2013) menjelaskan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa 4000 kali lebih cepat dibanding katalis asam. Selain itu katalis basa kurang korosif terhadap peralatan industri dibanding katalis asam. Umumnya biodiesel komersial diproduksi dengan katalis basa homogen seperti NaOH dan KOH (Xie, dkk. 2006). Namun, penggunaan katalis homogen mengalami kesulitan pada saat memisahkan dengan produk. Membutuhkan proses yang lebih rumit dan biaya mahal. Oleh karena itu, lebih

efektif menggunakan katalis heterogen yang mudah dipisahkan dengan produk (Lopez, dkk. 2005).

Zeolit alam merupakan senyawa yang sering dimanfaatkan sebagai katalis heterogen. Ketersediaan zeolit alam sangat berlimpah di Indonesia dan murah. Penggunaan zeolit alam sebagai katalis heterogen akan mengurangi biaya produksi biodiesel. Akan tetapi zeolit alam masih mengandung banyak pengotor. Sebelum digunakan sebagai katalis, zeolit diaktivasi untuk menghilangkan pengotor. Botianovi (2012) menjelaskan bahwa penggunaan HCl 6M sangat efektif untuk menghilangkan pengotor-pengotor logam dalam pori-pori zeolit. Hal yang sama juga telah dilaporkan Lestari (2010), Mahardiani (2010) dan Firdaus, dkk. (2013).

Zeolit juga dapat berfungsi sebagai penyangga katalis karena mempunyai pori yang dapat digunakan sebagai tempat inti aktif katalis basa (Utomo, 2011). Banyak penelitian telah melakukan impregnasi katalis homogen (KOH) pada katalis heterogen seperti zeolit untuk reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel, diantaranya: Kusuma, dkk. (2013) telah membuat biodiesel menggunakan KOH/zeolit didapat konversi biodiesel 95,09 %. Noiroj, dkk. (2009), menggunakan katalis KOH/Al₂O₃ didapatkan konversi 91,07 %. Intarapong, dkk. (2013) dengan katalis KOH/modernit didapatkan konversi 96,7 %.

Reaksi transesterifikasi berjalan optimal pada suhu 60-70 °C, dengan menggunakan fotokatalis reaksi dapat dilakukan pada suhu rendah (Manique, dkk. 2015). Corro, dkk. (2013) telah membuat biodiesel melalui reaksi esterifikasi pada suhu ruang dengan konversi 96 % menggunakan fotokatalis ZnO/SiO₂. Hal yang sama telah dilakukan Manique, dkk. (2015) dengan fotokatalis TiO₂ (P2Z) menghasilkan konversi 86 %. Salah satu fotokatalis yang sering digunakan adalah

TiO₂. Fotokatalis TiO₂ memiliki banyak keunggulan yaitu memiliki aktivitas fotokatalisis yang tinggi, stabil, tidak beracun, dan harga yang relatif lebih murah (Othmer & Kirk, 1995).

Aktivitas TiO₂ salah satunya dipengaruhi oleh bentuk kristalnya. TiO₂ memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu anatase, rutil dan brookit. Namun hanya struktur rutil dan anatase yang keberadaannya di alam cukup stabil (Marlupi, 2003). Bandas, dkk. (2014) menjelaskan bahwa fotokatalis TiO₂ anatase lebih tinggi aktivitasnya dibanding TiO₂ rutil. Angelia (2014) menjelaskan TiO₂anatase/zeolit mampu menghasilkan konversi biodiesel yang lebih tinggi dibanding TiO₂rutil/zeolit. Oleh karena itu, dalam penelitian ini digunakan fotokatalis TiO₂ anatase dikarenakan mempunyai aktivitas fotokatalitik lebih besar dibanding TiO₂ rutil.

Pembuatan komposit TiO₂anatase-K₂O/Zeolit pada penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan campuran sifat dari masing-masing komponen. TiO₂ bersifat sebagai fotokatalis, sehingga reaksi yang umumnya berjalan pada suhu 60 °C dapat berjalan hanya menggunakan suhu ruang. K₂O merupakan sisi aktif yang bersifat basa. Katalis basa lebih cepat 4000 kali dibanding katalis asam pada reaksi transesterifikasi. Zeolit memiliki luas permukaan yang tinggi berguna sebagai pengemban TiO₂ dan K₂O, sehingga sisi aktif tersebar merata dan memiliki luas permukaan yang tinggi.

Penambahan konsentrasi katalis sangat mempengaruhi hasil konversi biodiesel. Semakin besar penambahan katalis, akan semakin tinggi pula kadar biodiesel yang diperoleh. Ketika penambahan mencapai kondisi optimumnya, penambahan katalis tidak mempengaruhi kadar biodiesel (Vyas, dkk. 2011). Manique, dkk. (2013) melaporkan bahwa penambahan katalis TiO₂ sebagai

fotokatalis, efektif digunakan dalam pembuatan biodiesel sebesar 15 % dari berat minyak (Manique, dkk., 2013). Corro, dkk. (2012) melaporkan bahwa penambahan katalis ZnO/SiO₂ paling efektif dalam pembuatan biodiesel adalah 20 %. Pada penelitian ini dilakukan variasi penambahan katalis 10, 15 dan 20 % dari berat minyak untuk mengetahui variasi penambahan katalis paling efektif dalam pembuatan biodiesel.

1.2. Rumusan Masalah

1. Berapakah jumlah penambahan komposit fotokatalis TiO₂anatas-K₂O/zeolit yang paling optimum pada reaksi transesterifikasi minyak jarak untuk proses pembuatan biodiesel?
2. Bagaimana karakteristik biodiesel hasil konversi dari reaksi transesterifikasi minyak jarak menggunakan fotokatalis TiO₂anatas-K₂O/zeolit?

1.3. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi penambahan komposit fotokatalis TiO₂anatas-K₂O/zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak jarak untuk proses pembuatan biodiesel.
2. Untuk mengetahui karakteristik biodiesel hasil konversi dari reaksi transesterifikasi minyak jarak menggunakan fotokatalis TiO₂anatas-K₂O/zeolit.

1.4. Batasan Masalah

1. Zeolit alam yang digunakan merupakan zeolit alam Malang

2. TiO_2 yang digunakan adalah TiO_2 anatase
3. Bahan utama yang digunakan adalah minyak jarak kepyar (*Castor Oil*)
4. Perbandingan berat (gram) TiO_2 anatase : K_2O /zeolit adalah 25 : 75 %
5. Variasi penambahan katalis adalah 10, 15 dan 20 % dari berat minyak

1.5. Manfaat Penelitian

1. Dapat menggunakan sumber daya alam lokal secara maksimal dan meningkatkan nilai guna zeolit alam.
2. Memberikan informasi tentang pengaruh variasi penambahan fotokatalis komposit TiO_2 anatase- K_2O /zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak jarak menjadi biodiesel.
3. Meningkatkan nilai guna tanaman jarak untuk diproses menjadi sumber bahan baku alternatif biodiesel agar lebih bermanfaat dan ekonomis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Biodiesel

Biodiesel merupakan suatu metil ester rantai panjang yang terbuat dari sumber daya hayati terbarukan seperti minyak nabati atau lemak hewani (Utomo, 2011). Biodiesel memiliki banyak keunggulan dibanding minyak solar, diantaranya bahan bakar tidak beracun dan dapat dibiodegradasi, memiliki angka setana lebih tinggi dari solar. Solar yang dicampur biodiesel memberikan angka setana 64, sedangkan solar tanpa campuran biodiesel hanya memberikan angka setana 48 (Susilowati, 2006). Mengurangi emisi CO, sulfur, NO_x dan zat berbahaya lain. Widyanti (2002) menjelaskan pencampuran biodiesel pada solar mengurangi bahan penyebab polusi udara (Tabel 2.1.).

Tabel 2.1. Penurunan tingkat polusi menggunakan biodiesel

No	Bahan Polusi	Biodiesel Murni	80% Solar, 20% Biodiesel
1.	<i>Total unburned hydrocarbon</i>	Turun hingga 93%	Turun hingga 30%
2.	<i>Carboon monoxydes</i>	Turun hingga 50%	Turun hingga 20%
3.	<i>Particulate matter</i>	Turun hingga 30%	Turun hingga 22%
4.	<i>Sulfates</i>	Turun hingga 100%	Turun hingga 20%

Sumber: Widyanti (2002).

Pemerintah sangat mendukung penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif untuk menanggulangi krisis minyak bumi. Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral menetapkan kewajiban pencampuran bahan bakar nabati (BBN) sebanyak 15% pada solar mulai 1 April 2015. Keputusan ini tertuang dalam Peraturan Menteri ESDM Nomor 12 Tahun 2015. Pembuatan biodiesel di Indonesia harus sesuai dengan karakteristis Standar Nasional Indonesia (SNI) (Tabel 2.2.).

Tabel 2.2. Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI

No.	Karakteristik	Batas Nilai
1.	Massa jenis pada (g/mL)	0,85 – 0,89
2.	Viskositas pada (mm ² /s)	2,3 – 6,0
3.	Angka Setana	min. 51
4.	Titik Nyala (°C)	min. 100
5.	Air (% volume)	max. 0,05
6.	Gliserol bebas (% berat)	max. 0,02
7.	Angka asam (mg-KOH/g)	max. 0,8

Sumber: SNI-04-7182-2006

Biodiesel dapat dibuat dengan bahan dasar minyak jarak. Pohon jarak memiliki kemampuan untuk tumbuh dan berkembang di lahan kering, Selain itu minyak jarak bersifat sangat beracun. Racun tersebut terdapat dalam bentuk risin (suatu protein), risinin (suatu alkaloid) dan heat-stable allergen yang dikenal dengan CB-IA. Kandungan asam lemak essensialnya juga sangat rendah sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak pakan (Ketaren, 1986). Oleh karena itu minyak jarak merupakan salah satu bahan baku utama pembuatan biodiesel yang saat ini menjadi prioritas pemerintah Indonesia (Rustamaji, dkk., 2010).

Dua tipe pohon jarak yaitu jarak kepyar dan pagar. Minyak jarak sebagian besar merupakan trigliserida yang tersusun dari rantai asam lemak. Komposisi penyusun trigliserida minyak jarak kepyar berbeda dengan minyak jarak pagar. Salimon, dkk. (2010) menjelaskan senyawa dalam minyak jarak kepyar adalah 84,1 % tririsionelat, 8,2% dirisinoleostearoil gliserol dan 5,6% dirisinoleooleoil gliserol. Sedangkan komposisi asam lemak bebas penyusun trigliserida adalah 84,2 % risionelat, 7,3 % linoleat, 5,5 % oleat, 1,3 % palmitat dan 1,2 % stearat. Salimon, dkk. (2010) juga menjelaskan bahwa kandungan terbesar dalam minyak jarak kepyar Brazil dan India adalah asam risionelat.

2.2. Proses Pembuatan Biodiesel

Pembuatan biodiesel dari minyak nabati dapat dilakukan dengan reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Berikut adalah penjelasan mengenai reaksi esterifikasi dan transesterifikasi.

2.2.1. Reaksi Esterifikasi

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol membentuk ester. Dalam proses pembuatan biodiesel, reaksi esterifikasi terjadi antara asam lemak bebas (asam karboksilat) dengan alkohol rantai pendek (metanol) membentuk metil ester (biodiesel) dan air. Esterifikasi biasa dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar asam lemak bebas tinggi. Reaksi ini akan berlangsung lebih cepat jika ditambahkan katalis asam.

2.2.2. Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi merupakan suatu reaksi dimana suatu senyawa ester diubah menjadi senyawa ester lain yang lebih sederhana. Dalam proses pembuatan biodiesel, reaksi transesterifikasi terjadi antara trigliserida (ester) dengan alkohol rantai pendek menghasilkan metil ester. Faktor-faktor yang berpengaruh pada proses transesterifikasi adalah suhu, katalis, rasio alkohol terhadap minyak, kemurnian reaktan, dan waktu reaksi.

Pada umumnya dengan penambahan katalis, reaksi transesterifikasi dapat dijalankan pada suhu mendekati titik didih metanol (60 – 70 °C) pada tekanan atmosfer. Kecepatan reaksi akan meningkat sejalan dengan kenaikan temperatur. Tanpa katalis, reaksi transesterifikasi baru dapat berjalan pada suhu 250 °C. (Corro, dkk., 2013). Corro, dkk. (2013) juga menjelaskan bahwa reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa lebih cepat 4000 kali dibanding katalis asam.

Vyas, dkk. (2011) menjelaskan bahwa semakin besar penambahan katalis, akan semakin tinggi pula kadar biodiesel yang diperoleh. Ketika penambahan mencapai kondisi optimumnya, penambahan katalis tidak mempengaruhi kadar biodiesel. Corro, dkk. (2012) melaporkan bahwa penambahan 20 % ZnO/SiO₂ efektif digunakan sebagai fotokatalis reaksi esterifikasi untuk produksi biodiesel. Dan juga Manique, dkk. (2013) melaporkan penambahan 15 % fotokatalis TiO₂ paling efektif untuk produksi biodiesel.

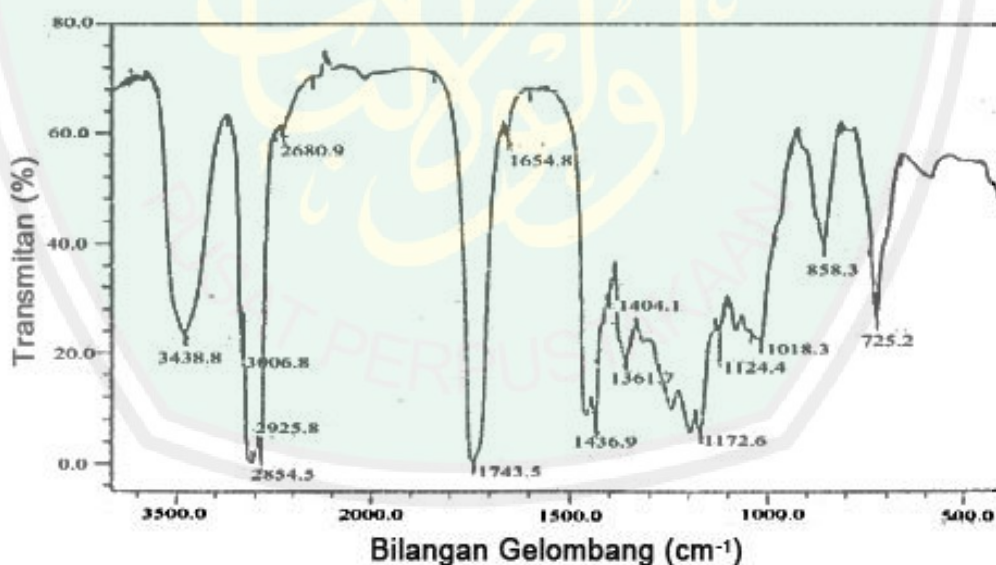
Umumnya dalam proses industri digunakan perbandingan molar alkohol dan minyak adalah 6 : 1 untuk menghasilkan biodiesel. Rasio yang lebih rendah akan membutuhkan waktu yang lebih lama untuk menghasilkan biodiesel. Sedangkan rasio yang lebih besar akan meningkatkan konversi tetapi mempersulit proses pemisahan gliserol (Sudrajad, 2003). Penggunaan metanol dalam reaksi transesterifikasi lebih cepat dibanding menggunakan etanol (Plentz, dkk., 2006).

Pengaruh kadar FFA dalam minyak sangat mempengaruhi reaksi. Susilowati (2006) menjelaskan bahwa syarat bahan baku dalam proses transesterifikasi menggunakan katalis basa adalah memiliki FFA <0,5 %. Jika kadar FFA terlalu tinggi akan membentuk sabun yang akan mempengaruhi konversi biodiesel. Utomo (2011) menjelaskan terbentuknya sabun dalam jumlah yang cukup besar dapat menghambat proses pemisahan gliserol dengan metil ester, dan berakibat terbentuknya emulsi selama proses pencucian.

Lamanya reaksi juga sangat mempengaruhi jumlah konversi trigliserida menjadi metil ester. Waktu reaksi yang dilakukan pada penelitian ini selama 4 jam. Hal ini didasarkan pada penelitian Manique, dkk. (2013) yang telah mensintesis

biodiesel dengan fotokatalis TiO_2 pada reaksi esterifikasi selama 4 jam. Didapatkan biodiesel paling optimum.

Metil ester yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi dianalisis dengan FTIR (*X-Ray Diffractometer*) dan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*). Amalia (2012) melaporkan hasil FTIR metil ester dari reaksi transesterifikasi minyak jarak didapatkan serapan lebar di daerah $3438,8 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi rentangan gugus hidroksil (-OH). Serapan lemah dan tajam di daerah $3006,8 \text{ cm}^{-1}$ disebabkan oleh vibrasi renggang $\text{Csp}^2\text{-H}$ alkena. Hal ini diperkuat dengan serapan tajam di daerah $725,2 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi bengkokkan C-H cis-alkena. Serapan tajam pada $1743,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan karakter vibrasi gugus karbonil (-C=O) ester (Gambar 2.1).



Gambar 2.1. Spektra FTIR metil ester (Amalia, 2012)

Hasil analisis metil ester menggunakan FTIR digunakan untuk memperkuat hasil analisis GC-MS dari metil ester. Hasil dari GC-MS akan diketahui macam-macam komponen dalam biodiesel beserta kadarnya. Ola, dkk. (2013) melaporkan

bahwa hasil analisis GC-MS metil ester dari hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar (*Ricinus Communis*) seperti ditunjukkan pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3. Metil ester hasil analisis GC-MS

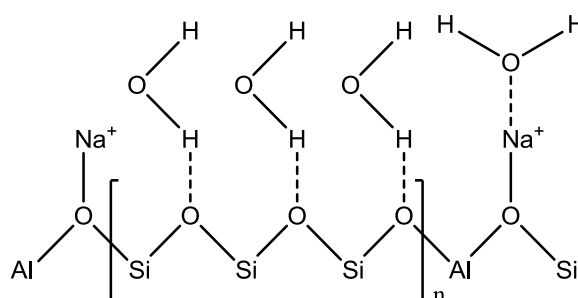
tR (menit)	Senyawa	Kadar (%)
6,677	<i>Methyl ester of elaidic acid</i>	2,20
6,842	<i>Methyl ester of stearic acid</i>	0,9
20,05	<i>Methyl ester of pentadecanoic acid</i>	0,8
20,38	<i>Methyl ester of linoleic acid</i>	2,83
27,143	<i>Methyl ester of ricinoleic acid</i>	93,46

Sumber: Ola, dkk. (2013).

2.3. Katalis Reaksi Transesterifikasi

2.3.1. Katalis Zeolit Alam Malang

Zeolit secara umum terbagi menjadi zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam banyak ditemukan di alam dan bercampur dengan materi pengotor (Witanto, dkk., 2010). Diantaranya adalah zeolit alam Malang yang berasal dari Turen. Zeolit alam Malang berjenis modernit yang berdiameter pori antara 6,7-7 Å. Struktur zeolit memiliki rumus kimia $M_{x/n}[(AlO_2)_x.(SiO_2)_y].wH_2O$. Dengan n adalah valensi dari kation M, w adalah jumlah molekul air per unit sel, x dan y adalah total jumlah tetrahedral per unit sel. Adapun Zeolit alam modernit memiliki rumus kimia $M_8Al_8Si_{40}O_{96}.28H_2O$ (Widyastuti, 2007).



Gambar 2.2. Struktur zeolit modernit (Intarapong, dkk., 2013)

Zeolit merupakan suatu kristal alumina silikat yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka alumina silikat (AlO_4^{5-} dan SiO_4^{4-}) dan air. AlO_4^{5-} dan SiO_4^{4-} saling berhubungan melalui atom O membentuk suatu kristal. Adanya logam aluminium bervalensi 3 yang berikatan dengan empat atom oksigen menyebabkan kelebihan elektron pada struktur alumina silikat. Adanya logam alkali/alkali tanah seperti Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ba^{2+} dan lain-lain dalam kerangka zeolit akan menetralkan muatan listriknya (Lestari, 2010).

Tabel 2.4. Hasil karakterisasi XRF zeolit alam Malang

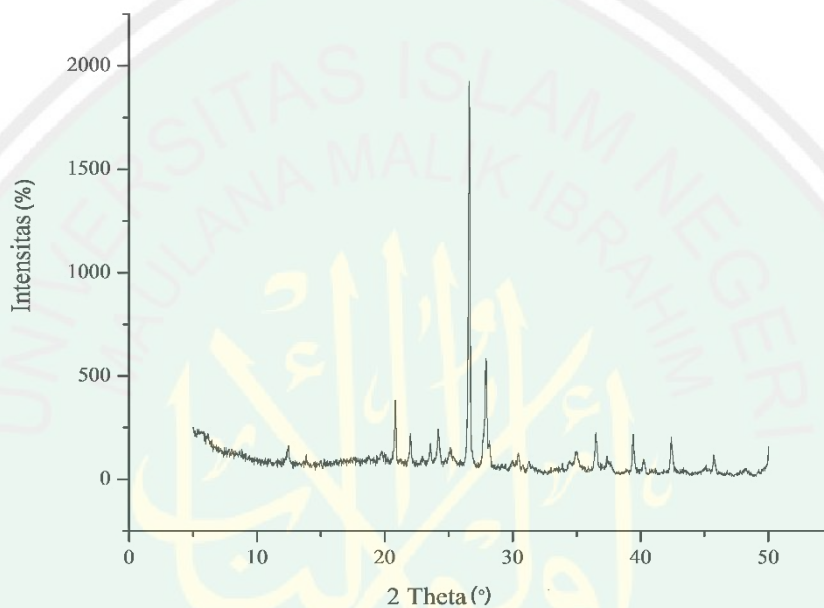
Unsur	Sebelum aktivasi (%)	Setelah aktivasi (%)
Al	13	12,5
Si	49,9	67,4
Ca	4,26	3,00
Mn	1,27	0,15
Fe	25,3	8,27
Ni	0,04	0,04
Cu	0,097	0,071
Zn	0,33	0,064
Ti	1,28	1,93

Sumber: Botianovi (2012).

Aktivasi zeolit alam perlu dilakukan untuk membersihkan permukaan pori dari pengotor anorganik (Ertan & Ozkan, 2005). Aktivasi fisika dilakukan melalui pengecilan ukuran butir, pengayakan, dan pemanasan pada suhu tinggi. Sedangkan aktivasi secara kimia dapat dilakukan melalui penambahan asam atau basa kuat (Barrer, 1982). Botianovi (2012) melaporkan hasil karakterisasi XRD (*X-Ray Flouresensi*) zeolit Alam Malang adalah seperti ditunjukkan pada Tabel 2.4.

Berdasarkan hasil XRF tersebut, diketahui kandungan logam anorganik pada zeolit alam Malang terutama logam Fe sangat tinggi. Dengan aktivasi menggunakan HCl 6 M terbukti mampu menghilangkan pengotor-pengotor

anorganik (Botianovi, 2012). Karakterisasi XRD zeolit alam pada penelitian ini dibandingkan dengan hasil penelitian Botianovi (2012) (Gambar 2.3). Karakterisasi FTIR (*Fourir Transform Infra Red*) Zeolit alam diketahui serapan khas terletak pada bilangan gelombang 460 dan 710 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ikatan Si-O-Si dan Al-O-Si (Carlson, 2004).



Gambar 2.3. Difraktogram zeolit alam Malang (Botianovi, 2012)

2.3.2. Katalis KOH/Zeolit

Zeolit dapat digunakan sebagai penyangga katalis untuk reaksi katalitik. Sebagai penyangga katalis, zeolit bekerja dengan memperluas permukaan komponen inti aktif (asam, basa atau logam) ke seluruh permukaan zeolit. Komponen inti aktif dapat ditempelkan ke dalam suatu bahan penyangga berpori seperti zeolit. Tujuan dari penempelan ini adalah untuk memperluas (memperbanyak) inti aktif (*active sites*) dan terdispersi secara merata keseluruhan permukaan penyangga (Utomo, 2011).

Banyak penelitian telah melaporkan zeolit yang diimpregnasi dengan KOH

efektif digunakan sebagai katalis pembuatan biodiesel. Diantaranya Noiroj, dkk. (2009) melaporkan impregnasi KOH 25 wt% pada Al_2O_3 dan dikalsinasi 500 °C selama 3 jam, efektif digunakan dalam pembuatan biodiesel. Reaksi transesterifikasi ini dilakukan pada suhu 60 °C selama 3 jam dengan rasio molar metanol:minyak 15:1 didapat konversi biodiesel 90,07 %. Intarapong, dkk. (2013) telah mengimpregnasi KOH pada zeolit modernit Thailand dan dikalsinasi pada 400 °C. Reaksi dilakukan pada suhu 60 °C didapatkan konversi 82,6 %.

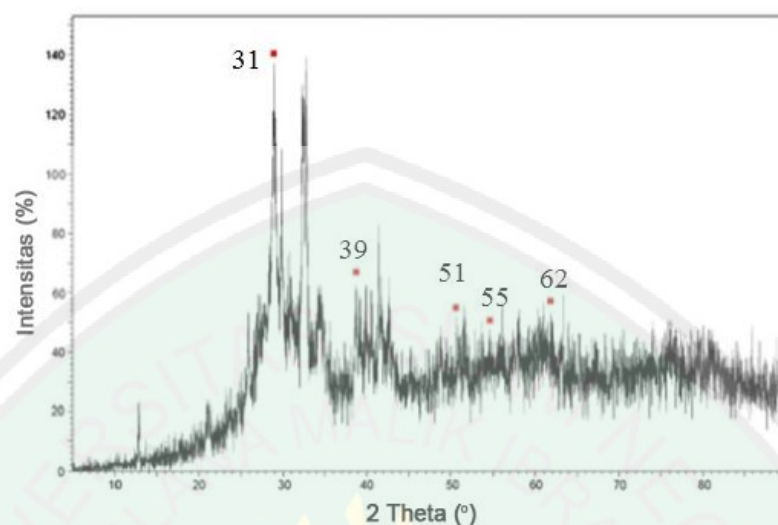
Kusuma, dkk. (2013) telah mengimpregnasikan KOH pada zeolit alam sebagai katalis reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel. Reaksi dilakukan pada suhu 60 °C selama 2 jam, perbandingan molar rasio metanol:minyak 7:1, katalis yang digunakan sebesar 3 % dari berat minyak. Hasil reaksi didapatkan konversi biodiesel sebesar 95,09 %. Azmi (2010) menjelaskan bahwa K_2O terbentuk akibat pemanasan (kalsinasi) senyawa K_2CO_3 dibawah titik didihnya (825 °C). Pemanasan menyebabkan dekomposisi kalium oksida dan air. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Kusuma, dkk. (2013) melaporkan bahwa kalsinasi pada 450 °C selama 4 jam KOH akan berubah menjadi K_2O .

KOH sebelum kalsinasi adalah berupa kation K^+ yang berada di permukaan zeolit. Kation ini mempunyai kemampuan mendesak kation-kation pengotor yang menutupi pori-pori zeolit (Intarapong, dkk., 2013). Hussain (2000) menjelaskan bahwa kation yang terikat pada sisi aktif zeolit dapat dipertukarkan sesuai dengan urutan kekuatan pertukaran sebagai berikut : $Cs^+ > K^+ > NH_4^+ > Na^+ > H^+ > Li^+$. Pertukaran ion pada zeolit yang menggunakan logam lebih elektropositif akan

menghasilkan sifat kebasaaan yang tinggi (Hussain, 2000).



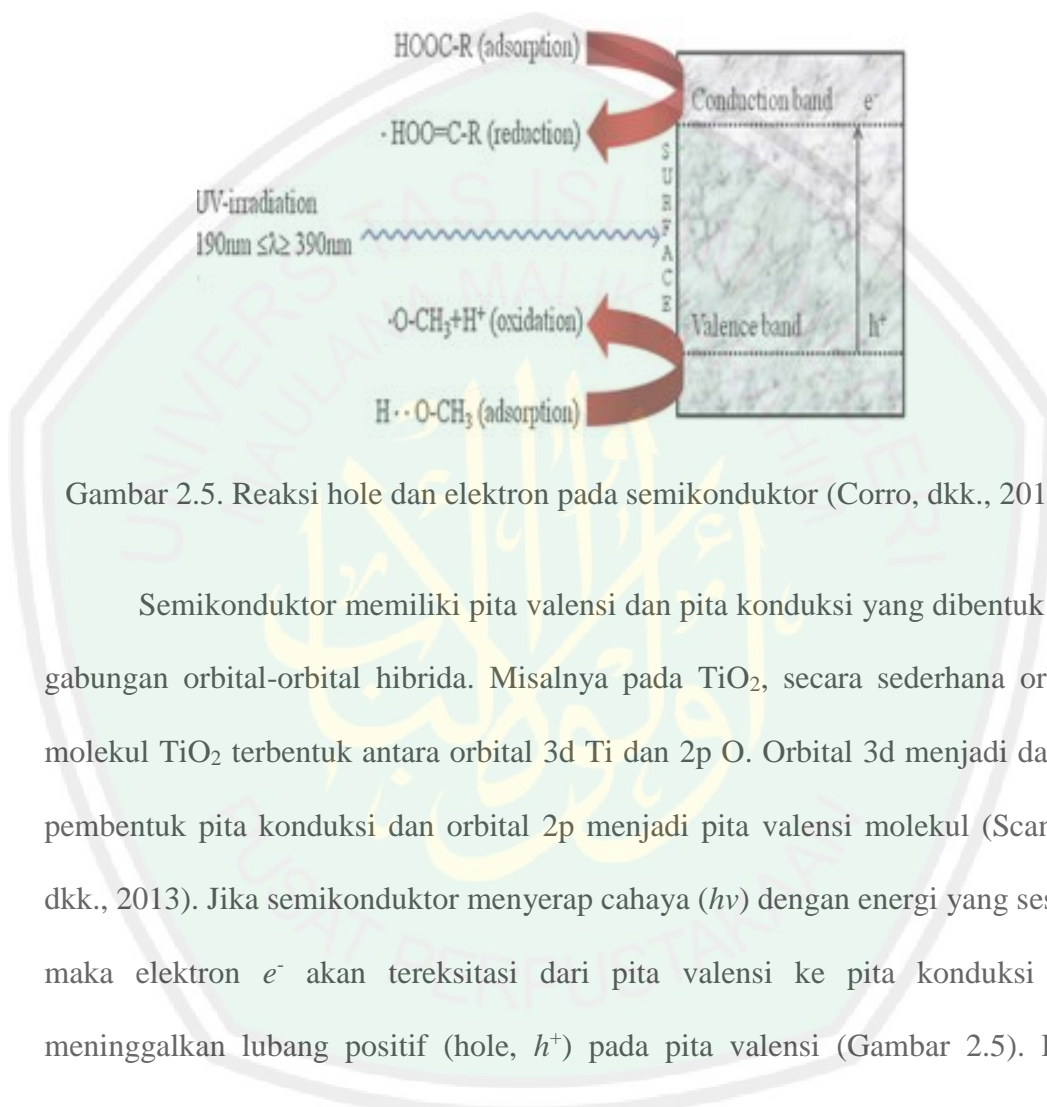
Gambar 2.4. Hasil XRD K_2O /zeolit (Kusuma, dkk., 2013)

Impregnasi merupakan metode yang paling mudah dan paling umum digunakan untuk menempelkan inti aktif pada katalis. Tujuan metode ini adalah untuk memenuhi permukaan katalis dengan sisi aktif dari larutan garam untuk mendapatkan sifat yang diinginkan. Semakin banyak sisi aktif dalam permukaan katalis, katalis akan mempunyai aktivitas yang tinggi juga. Karakterisasi XRD dari K_2O yang terimpreg pada zeolit memiliki puncak khas pada $2\theta = 31^\circ, 39^\circ, 51^\circ, 55^\circ$ dan 62° (Kusuma, dkk., 2013) (Gambar 2.4). Adapun standar XRD K_2O memiliki puncak khas pada $2\theta = 27,64^\circ; 39,50^\circ; 57,08^\circ$ (Swanson, dkk., 1969).

2.3.3. Fotokatalis Titanium Dioksida

Fotokatalis adalah katalis yang akan aktif ketika menyerap foton (cahaya) tampak maupun ultraviolet yang kemudian bereaksi dengan reaktan yang berada di permukaan katalis (Licciulli & Lisi, 2002). Suatu bahan dapat dijadikan sebagai fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut energi ambang (*band*

gap energy) yang mana energinya tidak terlalu tinggi. Semikonduktor merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis karena memiliki *band gap* tidak terlalu besar.



Gambar 2.5. Reaksi hole dan elektron pada semikonduktor (Corro, dkk., 2013).

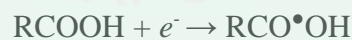
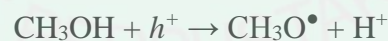
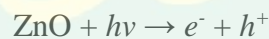
Semikonduktor memiliki pita valensi dan pita konduksi yang dibentuk dari gabungan orbital-orbital hibrida. Misalnya pada TiO_2 , secara sederhana orbital molekul TiO_2 terbentuk antara orbital 3d Ti dan 2p O. Orbital 3d menjadi daerah pembentuk pita konduksi dan orbital 2p menjadi pita valensi molekul (Scanlon, dkk., 2013). Jika semikonduktor menyerap cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai, maka elektron e^- akan tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (hole, h^+) pada pita valensi (Gambar 2.5). Hole merupakan oksidator yang kuat, sedangkan elektron merupakan reduktor yang baik. Elektron dan hole inilah yang digunakan dalam reaksi fotokatalisis (Corro, dkk., 2013).

TiO_2 memiliki tiga struktur kristal yaitu anatase, rutil dan brookit. Licciuli & Lisi (2002) dan Bandas, dkk. (2014) menjelaskan bahwa secara fotokatalitik struktur TiO_2 anatase memiliki aktivitas yang lebih baik dibanding struktur TiO_2

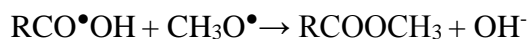
lain. Hal ini disebabkan struktur anatase memiliki luas permukaan yang lebih besar serta ukuran partikel yang lebih kecil dibanding struktur rutil. Selain itu harga E_g (*energy gap*) TiO_2 anatase lebih tinggi dibanding rutil (3,2 eV dan 3,0eV). Harga E_g yang lebih tinggi dapat mencegah terjadinya rekombinasi elektron dari pita konduksi ke pita valensi. Hal ini menyebabkan terbentuknya elektron hole semakin lama, sehingga proses fotokatalisis dapat berjalan (Fujishima & Watanabe, 1999).

Angelia (2014) melaporkan bahwa TiO_2 anatase/zeolit mampu menghasilkan konversi biodiesel yang lebih tinggi dibanding dengan TiO_2 rutil/zeolit. Suiva (2014) juga melaporkan bahwa dalam pembuatan biodiesel dengan fotokatalis TiO_2 /zeolit, perbandingan TiO_2 anatase/zeolit (25:75 %) memiliki aktivitas katalitik paling besar dibanding dengan TiO_2 anatase-zeolit dengan perbandingan 20:80 % dan 10:90 % dalam pembuatan biodiesel.

Corro, dkk. (2013) dalam jurnalnya menjelaskan mekanisme reaksi esterifikasi proses pembuatan biodiesel dengan komposit fotokatalis ZnO/SiO_2 adalah sebagai berikut:



Proses adsorpsi metanol dan asam lemak bebas (ALB) pada permukaan fotokatalis dipengaruhi oleh kuatnya proses pengadukan waktu reaksi. Sinar UV diserap oleh fotokatalis ZnO yang menyebabkan terbentuknya elektron (e^-) dan hole (h^+). Metanol akan bereaksi dengan hole (oksidasi) dan ALB bereaksi dengan elektron (reduksi) menjadi dua senyawa radikal. Dua senyawa radikal ini bereaksi menjadi metil ester (biodiesel). Berikut adalah reaksinya:

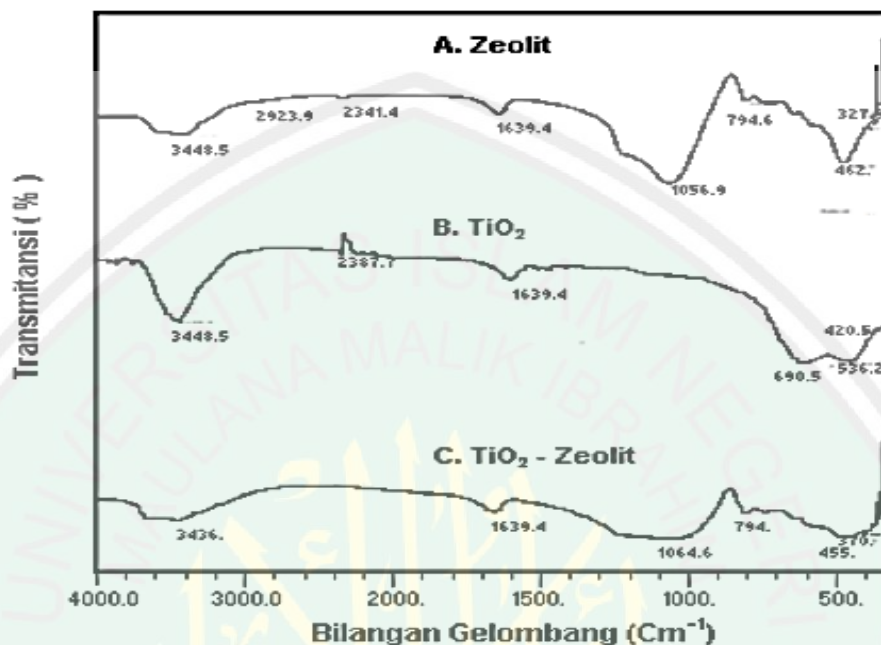


Berdasarkan penelitian yang sudah ada, belum pernah dilaporkan penggunaan TiO_2 sebagai fotokatalis untuk reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel dari minyak jarak. Beberapa penelitian melaporkan penggunaan TiO_2 hanya sebagai katalis reaksi transesterifikasi bukan sebagai fotokatalis. Diantaranya Pandiangan, dkk. (2013), mensintesis biodiesel dengan katalis $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$. Salinas, dkk. (2011) dengan katalis K- TiO_2 . Madhuvilaku (2013) dengan katalis TiO_2/ZnO . Oleh karena itu penelitian ini akan digunakan TiO_2 sebagai fotokatalis reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel. Umumnya reaksi transesterifikasi dengan katalis berjalan pada suhu $> 60^\circ\text{C}$, dengan menggunakan fotokatalis dapat berjalan pada suhu ruang.

Proses pengembanan TiO_2 pada zeolit dilakukan dengan metode hidrotermal. Metode ini merupakan reaksi heterogen dalam media air dan sistem tertutup pada suhu dan tekanan tinggi yang bertujuan untuk melarutkan dan pembentukan kristal pada mineral yang relatif tidak dapat dilarutkan pada kondisi biasa (Byrappa & Yoshima, 2001). Metode ini dapat meningkatkan daya larut antar padatan dan kecepatan reaksi antar padatan (Angelia, 2014). Rouvina (2014), Angelia (2014) dan Bandas, dkk. (2014) telah berhasil mensintesis komposit TiO_2 -zeolit dengan metode hidrotermal.

Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa TiO_2 yang diimbakan pada zeolit akan menunjukkan adanya puncak baru pada bilangan gelombang 690 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk Ti-O-Ti (Utubira, dkk., 2006) (Gambar 2.6). Sedangkan Grujik, dkk., 2005 menjelaskan bahwa vibrasi rengganf Ti-O berada

pada daerah 720 dan 560 cm^{-1} . Adapun untuk TiO_2 anatas murni memiliki serapan khas pada bilangan gelombang 500-600 cm^{-1} (Al-Taweed & Haider, 2016).



Gambar 2.6. Spektra FTIR senyawa TiO_2 /zeolit (Utubira, dkk., 2006)

2.4. Zeolit dan Biji Tanaman dalam Perspektif Al-Qur'an

Zeolit merupakan suatu material berwarna putih abu-abu yang terbentuk dari sedimentasi abu vulkanik gunung berapi. Zeolit memiliki kandungan silika dan alumina yang tinggi. Kandungan logam aluminium pada kerangka zeolit, menjadikan zeolit dapat digunakan sebagai penukar ion. Zeolit juga memiliki luas permukaan yang besar sehingga mampu digunakan sebagai adsorben dan katalisator. Keberadaan zeolit dengan segala manfaatnya yang terkandung di gunung berapi merupakan salah satu bukti kekuasaan Allah yang dijelaskan dalam surat Al-Fathir ayat 27:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَاً وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيضٌ
وَحُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ (٢٧)

Artinya: “*Tidakkah kamu melihat bahwasanya Allah menurunkan hujan dari langit lalu kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya. Dan diantara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada (pula) yang hitam pekat*” (QS. Fathir: 27).

Ayat tersebut menunjukkan bahwa Allah memerintahkan manusia untuk melihat, merenungkan dan memikirkan segala bentuk ciptaannya. Sehingga manusia dapat mengambil manfaatnya dan semakin memperkuat keimanan mereka terhadap bukti-bukti kekuasaan Allah.

Berdasarkan ayat tersebut Allah menjelaskan bukti-bukti kekuasaanNya. Diantaranya Allah telah menciptakan keanekaragaman. Keanekaragaman itu terjadi tidak hanya pada buah-buahan, melainkan juga gunung-gunung yang memiliki garis-garis yang terlihat berwarna putih, merah dan terlihat pula hitam pekat. Warna gunung yang bermacam-macam disebabkan oleh bebatuan gunung-gunung itu. Perbedaan susunan mineral-mineral dalam batuan menyebabkan warna yang beranekaragam. Jika terkandung mineral besi, maka warna dominannya adalah merah; jika batubara warna dominannya hitam; jika perunggu maka berwarna kehijauan, dan sebagainya. Adapun warna putih disebabkan adanya zeolit yang mengandung senyawaasilika alumina. Kandungan silika alumina yang tinggi ini menyebabkan zeolit banyak digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalis. berbagai manfaat dari zeolit ini merupakan salah satu hikmah dari proses berpikir dan perenungan manusia terhadap ciptaan Allah yang berupa gunung.

Salah satu alternatif pengganti bahan bakar minyak bumi yang semakin langka adalah biodiesel. Biodiesel terbuat dari minyak biji Tanaman. Pada penelitian ini digunakan minyak dari biji jarak untuk pembuatan biodiesel. Manfaat dari biji-bijian disinggung dalam Al-Qur'an surat Ar-Rahman ayat 11-13:

وَالْحَبُّ ذُو الْعَصْفِ وَالرَّيْحَانُ (١٢) فَبِأَيِّ آلَاءِ رَبِّكُمَا تُكَذِّبَانِ (١٣)

Artinya: “Dan biji-bijian yang berkulit dan bunga-bunga yang harum baunya. Maka ni`mat Tuhan kamu yang manakah yang kamu dustakan?” (QS. Ar-Rahman: 11-13).

Surat Ar-Rahman menjelaskan bahwa Allah telah memberikan begitu banyak ni`mat kepada manusia, akan tetapi sebagian besar mereka mendustakan ni`matNya. Sehingga Allah berfirman: *Maka ni`mat Tuhan kamu yang manakah yang kamu dustakan?*. Diantara ni`mat tersebut adalah biji-bijian yang berkulit (وَالْحَبُّ ذُو الْعَصْفِ). Beberapa Penelitian telah menggunakan Biji jarak yang mengandung minyak sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Ini merupakan salah satu manfaat (ni`mat) dari diciptakannya biji-bijian oleh Allah.

BAB III

METODOLOGI

3.1. Pelaksanaan Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Agustus-Oktober 2016 di Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang dan laboratorium Mineral dan Material FMIPA Universitas Negeri Malang (UM).

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan adalah: *hotplate*, *magnetic stirrer*, *beaker glass*, rangkaian reaktor uji foto-transesterifikasi, serangkaian alat titrasi, ayakan 200 mesh dan 230 mesh, botol hidrotermal, corong pisah 250 mL, corong, cawan, erlenmeyer 100 mL, pipet tetes, seperangkat alat *refluks*, tanur, piknometer, pipet volume, *stopwatch*, pH universal, neraca analitik, oven, instrumen *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah: zeolit alam Turen Malang, TiO₂ anatas (99,99 %. No. CAS. 1317-70-1), minyak jarak kepyar, metanol, aquades, KOH (*merk*), HCl 6 M, *aluminium foil*, kertas saring, indikator fenolftalein, etanol 95 % dan aseton.

3.3. Tahapan Penelitian

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam

2. Impregnasi KOH pada zeolit
3. Sintesis komposit fotokatalis TiO₂anatase-K₂O/zeolit
4. Karakterisasi komposit fotokatalis TiO₂anatase-K₂O/zeolit dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)
5. Uji pengaruh variasi penambahan fotokatalis
6. Analisis biodiesel hasil konversi reaksi transesterifikasi

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Serbuk zeolit diayak dengan ayakan 200 mesh. Hasil ayakan diayak lagi dengan ayakan 230 mesh. Diambil serbuk zeolit yang tidak lolos ayakan. Didapat ukuran zeolit 200-230 mesh (Kusuma, dkk., 2013). 100 gram zeolit hasil ayakan direndam dalam 200 mL HCl 6 M selama 4 jam dan *distirrer*. Campuran disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH filtrat netral. Endapan kemudian dikeringkan dalam oven 120 °C selama 4 jam (Botianovi, 2012).

3.4.2. Impregnasi KOH pada Zeolit

Impregnasi dilakukan dengan melarutkan 20 gram KOH ke dalam 100 mL akuades. Kemudian 100 gram zeolit direndam dalam larutan KOH (20 % KOH dari berat zeolit). Zeolit direndam larutan KOH selama 24 jam. Disaring zeolit untuk memisahkannya dari larutan. Setelah itu dioven 110 °C selama 24 jam kemudian dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam (Intarapong, dkk., 2013).

3.4.3. Sintesis Komposit Fotokatalis TiO₂anatase-K₂O/Zeolit

Perbandingan berat (gram) TiO₂ : K₂O/zeolit 25 : 75 % (Suiva, 2014). TiO₂ dan K₂O/zeolit dimasukkan ke dalam *beaker glass*. Kemudian ditambah aquades dengan perbandingan aquades dan katalis 2 : 1 (mL:gram) dan *distirrer* selama 4 jam (Bandas dkk., 2014). Selanjutnya dipindahkan campuran kedalam botol hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 90 °C selama 16 jam. Didinginkan selama 1 jam, kemudian disaring. Endapan hasil penyaringan di oven pada 100 °C selama 2 jam. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 2 jam (Suiva, 2014).

3.4.4 Karakterisasi Komposit TiO₂anatase-K₂O/Zeolit

3.4.4.1 Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi XRD komposit fotokatalis TiO₂anatase-K₂O/Zeolit menggunakan radiasi monokromator Cu K_α ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 5-65^\circ$, step $0,020^\circ$ dan waktu step 1 detik (Suiva, 2014). Difraktogram yang didapat dibandingkan dengan hasil penelitian sebelumnya dan JCPDS *Standard X-ray Diffraction Powder Patterns*.

3.4.4.2 Karakterisasi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Spektrofotometer FT-IR yang digunakan adalah Varian tipe FT 1000. Komposit dicampurkan dengan KBr lalu digerus dalam *mortar agate*. Selanjutnya campuran dipress dan dibentuk pellet. Kemudian pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan diatur spektrum IR pada rentang bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$.

3.4.5 Uji Pengaruh Variasi Penambahan Fotokatalis

3.4.5.1 Proses Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

Komposit TiO_2 anatas- K_2O /Zeolit dicampur dengan metanol dalam *beaker glass*. Kemudian ditambahkan minyak jarak. Perbandingan mol minyak dan metanol 1:7. Campuran dimasukkan kedalam reaktor dan disinari lampu UV 366 nm, selama reaksi campuran *distirrer*. Reaksi dilakukan pada suhu ruang selama 4 jam. Komposisi bahan-bahan dalam reaksi transesterifikasi dengan variasi penambahan komposit ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Komposisi reaksi transesterifikasi

Variasi komposit	Berat Komposit	Berat Minyak	Volume Metanol
10 %	10 gram	100 gram	30,55 mL
15 %	15 gram	100 gram	30,55 mL
20 %	20 gram	100 gram	30,55 mL

3.4.5.2 Analisis Produk Hasil Reaksi

Produk hasil reaksi disaring untuk memisahkannya dari fotokatalis. Kemudian produk dimasukkan kedalam corong pisah. Didiamkan sampai terbentuk 2 lapisan. Diambil lapisan atas (biodiesel) dan dibuang lapisan bawah (gliserol). Selanjutnya biodiesel dianalisis dengan instrument FTIR dan GC-MS.

a. Analisis dengan *Fourir Transform Infra Red* (FTIR)

Produk reaksi ditetaskan dalam plat tempat sampel. Kristal KBr digerus dalam *mortar agate* kemudian dipress dan dibentuk pellet. Selanjutnya pelet diletakkan di atas cuplikan larutan. Larutan ditetaskan diantara pellet dan plat tempat sampel. Setelah itu dimasukkan kedalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$.

b. Analisis dengan *Gas Chromatography-Massa Spectrometry* (GC-MS)

Produk hasil reaksi (biodiesel) sebanyak 2 μL diinjeksikan ke dalam instrumen GC-MS VARIAN CP-3800 SATURN 2200 dengan kondisi operasional pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2. Pengondisian instrument GC-MS

Alat	Kondisi	Alat	Kondisi
Jenis kolom	Rastek RXi-5MS	Energi ionisasi	70 ev
Panjang kolom	30 meter.	Suhu kolom	60 °C
Suhu Injektor	240 °C	<i>Injection mode</i>	Splitless
Gas pembawa	Helium	Tekanan gas	16,5 kPa
Sistem ionisasi	<i>Electron Impact</i>	Kec. Alir gas	0,5 mL/menit

Sumber: Hidayat, 2012.

Kadar biodiesel hasil konversi minyak jarak (*yield*) dihitung dengan rumus sebagai berikut (Kusuma, dkk., 2013):

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{Berat biodiesel (gram)} \times \% \text{ metil ester (FAME)}}{\text{berat minyak jarak (gram)}} \times 100\%$$

3.4.6 Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi

3.4.6.1 Analisis Kadar Air

Cawan porselen kosong di oven selama 15 menit, lalu didinginkan. Sebanyak 2 gram biodiesel (W_1) dimasukkan ke dalam cawan porselen dan ditimbang (W_2), dimasukkan ke dalam oven selama 4 jam pada suhu 110 °C. Selanjutnya cawan porselen berisi sampel didinginkan dalam desikator dan ditimbang (W_3) hingga konstan (Aziz, dkk., 2012).

$$\% \text{ kadar air} = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100$$

Keterangan:

W_1 : berat sampel (g)

W_2 : berat cawan + sampel biodiesel sebelum dipanaskan (g)

W_3 : berat cawan + sampel biodiesel setelah dipanaskan (g)

3.4.6.2 Analisis Asam Lemak Bebas

Sebanyak 5 gram biodiesel dilarutkan dengan 5 mL etanol 95 % . Dipanaskan 40 °C selama 10 menit. Selanjutnya ditambah 2 tetes indikator fenolftalein 1%, lalu dititrasi dengan KOH 0,1 N hingga berwarna merah muda.

$$\% FFA = \frac{V \times N \times BM}{\text{massa sampel (g)} \times 1000} \times 100$$

Keterangan:

V : volume KOH (mL)

N : normalitas KOH (g/mol)

BM : berat molekul asam lemak dominan dalam biodiesel (g/mol)

3.4.6.3 Analisis Penentuan Densitas

Piknometer dibilas dengan aquades, lalu dengan aseton, dan dikeringkan dengan *hairdryer*. Ditimbang piknometer (W_1). Piknometer diisi dengan biodiesel, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang (W_2) (Aziz, dkk., 2012).

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V}$$

Keterangan:

ρ : densitas (g/mL)

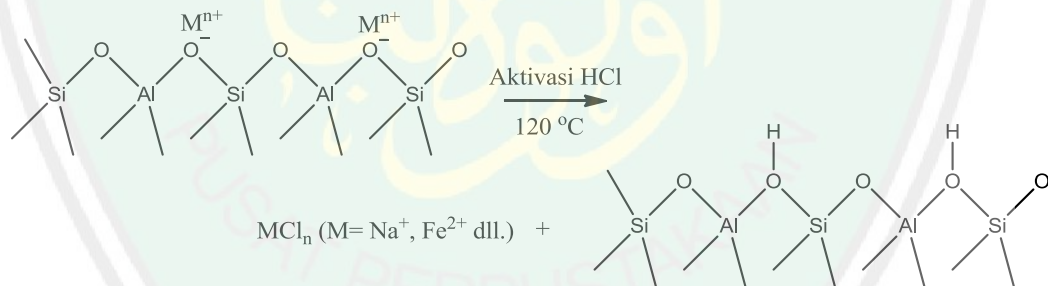
W_2 : massa piknometer + sampel (g)

W_1 : massa piknometer (g)

BAB IV PEMBAHASAN

4.1. Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang

Preparasi zeolit dilakukan dengan proses pengayakan sehingga diperoleh ukuran zeolit seragam 200-230 mesh. Hal ini mengacu pada hasil penelitian Suiva (2014) bahwa ukuran zeolit 200 mesh cukup baik digunakan sebagai pengemban TiO_2 pada komposit TiO_2 anatasa/zeolit. Aktivasi zeolit dilakukan dengan perendaman zeolit dalam HCl 6 M untuk melarutkan kation logam pengotor (Fe^{2+} , Cu^{2+} , Na^+ dan lainnya). Perlakuan ini menyebabkan posisi kation pengotor pada permukaan zeolit diganti dengan ion hidrogen H^+ untuk menstabilkan muatan zeolit (Widyastuti, 2013).

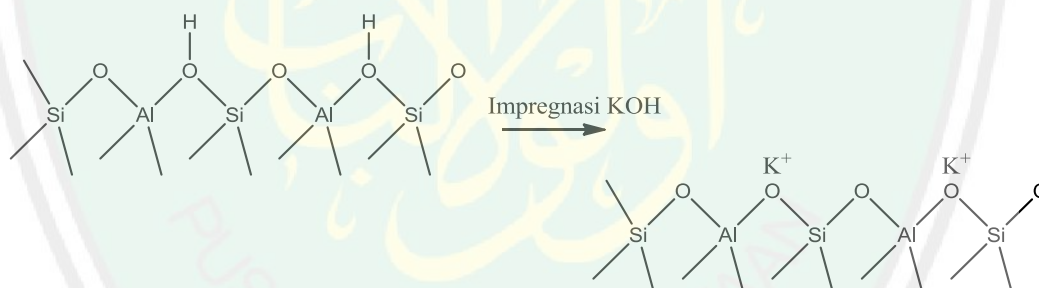


Gambar 4.1. Mekanisme aktivasi zeolit dengan HCl pada zeolit mengacu penelitian Banon dan Suharto (2008)

Anion Cl^- yang masih tertinggal di permukaan zeolit dihilangkan dengan pencucian menggunakan akuades. Selanjutnya aktivasi fisika dilakukan dengan pemanasan pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ untuk menguapkan kandungan air, sedangkan ion hidrogen tertinggal pada permukaan zeolit. Zeolit alam yang sebelumnya berwarna abu-abu gelap, setelah di aktivasi berwarna abu-abu keputihan.

4.2. Impregnasi KOH pada Zeolit

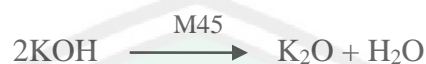
Reaksi transesterifikasi berjalan lebih cepat menggunakan katalis basa dibanding katalis asam (Corro, dkk., 2013). Oleh karena itu dilakukan impregnasi sisi aktif basa pada zeolit, sehingga didapat katalis heterogen yang bersifat basa. Impregnasi dilakukan dengan perendaman zeolit ke dalam larutan KOH. Zeolit alam memiliki selektifitas penyerapan yang sangat tinggi terhadap K^+ (Kan Fu, dkk., 2011). Selain itu Miller, dkk. (2009) menjelaskan bahwa H^+ dapat ditukar dengan kation lain yang lebih reaktif. Sehingga dimungkinkan ketika proses impregnasi, terjadi pendesakan ion hidrogen (hasil aktivasi zeolit) oleh K^+ . Pada kerangka zeolit, kation K^+ dapat menempati posisi H^+ (Gambar 4.2.) (Intarapong, dkk., 2013).



Gambar 4.2. Mekanisme impregnasi KOH pada zeolit mengacu pada penelitian Intarapong, dkk. (2008)

Selain itu juga dimungkinkan bahwa K^+ hanya terdispersi pada permukaan zeolit dan tidak terjadi pertukaran kation. Sehingga akan didapat dua sisi aktif (H^+ dan K^+) pada permukaan zeolit. Hal ini didasarkan pada penjelasan kurniasih (2016) yang telah berhasil mensintesis katalis H-zeolit/K dan juga Permatasari, dkk. (2013) yang telah berhasil membuat katalis K_2O/H -zeolit sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel.

Proses selanjutnya adalah kalsinasi yang bertujuan untuk merubah sisi aktif KOH menjadi K_2O . K_2O memiliki sifat kebasaan lebih tinggi dibanding KOH. K_2O terbentuk dari dekomposisi KOH akibat pemanasan (kalsinasi). Reaksi yang terjadi mengacu pada penjelasan Kusuma, dkk. (2013):



Kalsinasi juga bertujuan untuk menghilangkan pengotor organik. Hasil akhir didapat komposit K_2O -zeolit yang berwarna abu-abu lebih gelap dibanding zeolit sebelum impregnasi dan kalsinasi. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Suiva (2014) bahwa warna zeolit menjadi lebih gelap setelah dikalsinasi.

4.3. Sintesis Komposit Fotokatalis TiO_2 anatas- K_2O /Zeolit

Sintesis komposit TiO_2 anatas- K_2O /zeolit menggunakan metode hidrotermal. Langkah awal dilakukan pencampuran antara padatan TiO_2 dan K_2O /zeolit dalam pelarut air. Proses pencampuran disertai dengan pengadukan. Hal ini dimaksudkan agar TiO_2 dapat terdispersi secara merata pada permukaan zeolit, sehingga memaksimalkan kontak antara TiO_2 dan K_2O /zeolit. Selanjutnya dilakukan sintesis komposit metode hidrotermal. Alasan utama digunakan metode ini dikarenakan dalam tekanan dan suhu ruang, padatan TiO_2 tidak larut dalam air sehingga difusi TiO_2 pada permukaan K_2O -zeolit sulit terjadi. Dengan metode ini (sistem tertutup, suhu dan tekanan tinggi) TiO_2 akan lebih mudah terdifusi pada permukaan K_2O /zeolit (Rouvina, 2014).

Pada proses pembuatan komposit dengan kondisi hidrotermal terjadi reaksi padatan (*solid state reaction*) antara padatan TiO_2 dan zeolit (Bandas, dkk., 2013). Ropp (2003) menjelaskan bahwa reaksi padatan hanya terjadi di permukaan

padatan (*interface*). Reaksi ini diawali dengan proses difusi TiO_2 pada permukaan zeolit. Pada proses ini TiO_2 bergerak secara acak dan zig-zag kemudian tertarik masuk ke dalam permukaan zeolit sehingga membentuk area batas (*boundary*). Borgonovo ((2010) menjelaskan bahwa gerak TiO_2 kesela-sela padatan K_2O /zeolit diakibatkan oleh gaya tarik antar partikel (Van der Waals). Gaya ini terjadi akibat interaksi antara muatan parsial positif dalam TiO_2 dan muatan parsial negatif dari zeolit (interaksi dipol-dipol). Selesai proses hidrotermal, dilakukan kalsinasi pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$. Kalsinasi membuat interaksi pada batas fase (*boundary*) antara TiO_2 dan K_2O dalam komposit menjadi lebih kuat (Ropp, 2003). Selain itu kalsinasi juga bertujuan untuk menghilangkan pengotor organik dan menjadikan kristalinitas zeolit lebih tinggi. Hasil akhir didapat komposit TiO_2 anatas- K_2O /zeolit berwarna putih abu-abu.

4.4. Karakterisasi Komposit TiO_2 anatas- K_2O /Zeolit

4.4.1. Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (*X-Ray Diffraction/ XRD*)

Karakterisasi XRD ini perlu dilakukan untuk mengetahui keberhasilan sintesis komposit TiO_2 anatas- K_2O /zeolit. Dari hasil XRD akan diketahui material-material penyusun komposit hasil sintesis. Munculnya puncak difraksi khas TiO_2 anatas dan K_2O pada komposit, merupakan salah satu indikator yang menunjukkan bahwa komposit TiO_2 anatas- K_2O /zeolit telah berhasil disintesis.

Zeolit alam Malang yang digunakan pada penelitian ini sama dengan zeolit yang telah digunakan oleh Botianovi (2012). Botianovi menjelaskan bahwa zeolit alam Malang merupakan jenis modernit. Berdasarkan hasil XRD (Tabel 4.1 dan Gambar 4.3) diketahui bahwa pada difaktogram K_2O /zeolit muncul puncak baru

pada $2\theta = 39,41^\circ$ yang merupakan puncak dari K_2O . Adanya puncak K_2O ini menunjukkan bahwa proses impregnasi berhasil dilakukan. Selain itu juga diketahui bahwa intensitas puncak zeolit alam pada K_2O /zeolit mengalami penurunan (Tabel 4.1.) dibanding dengan puncak zeolit alam hasil penelitian Botianovi (2012). Penurunan intensitas ini diakibatkan dari proses impregnasi K_2O pada permukaan zeolit. Kusuma, dkk. (2013) menjelaskan bahwa adanya K_2O dipermukaan zeolit menyebabkan intensitas puncak dan kristalinitas zeolit menurun.

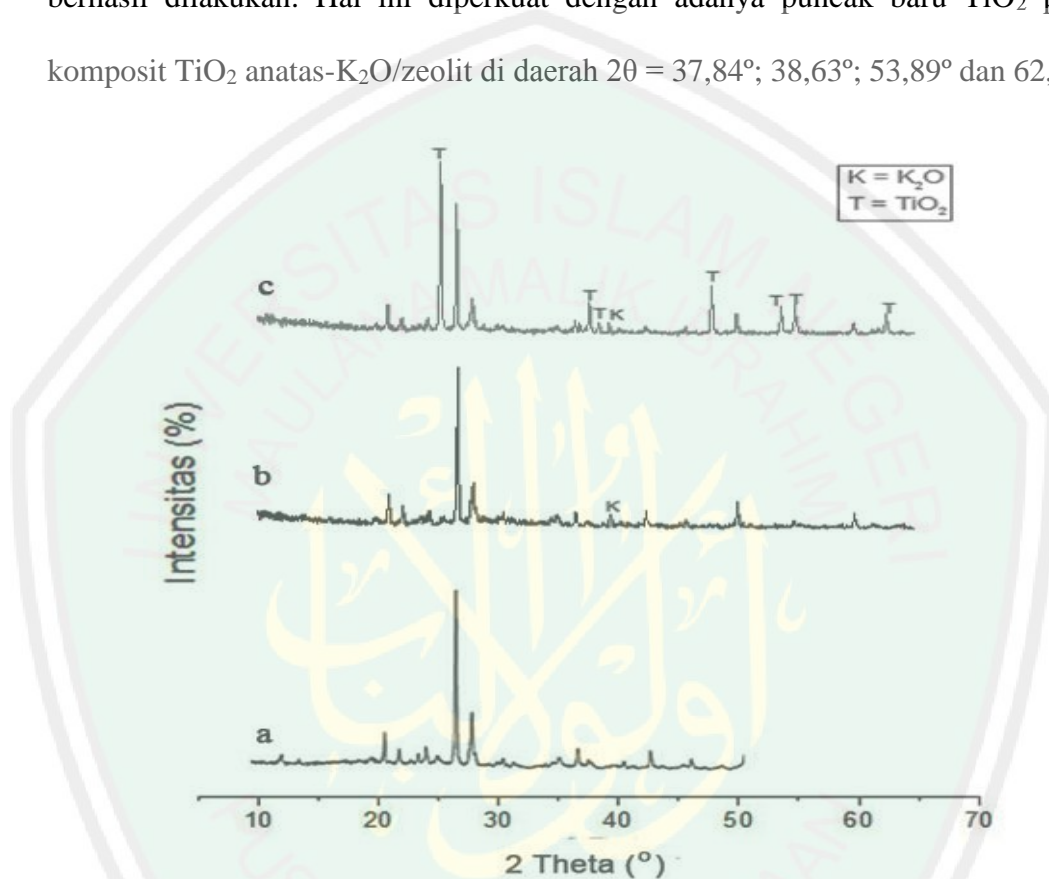
Tabel 4.1. Hasil karakterisasi XRD pada komposit TiO_2 anatasa- K_2O /zeolit

K_2O^*		TiO_2 anatasa**		Zeolit Alam***		K_2O /Zeolit		TiO_2 anatasa- K_2O /Zeolit	
2θ (°)	I (%)	2θ (°)	I (%)	2θ (°)	I (%)	2θ (°)	I (%)	2θ (°)	I (%)
-	-	-	-	22,01	7,70	22,16	8,79	22,05	6,59
-	-	-	-	23,56	4,3	23,67	3,16	-	-
-	-	-	-	24,19	6,45	24,36	5,88	24,27	6,74
-	-	25,28	100	25,09	3,25	25,54	2,84	25,34	100
-	-	-	-	26,60	100	26,76	76,83	26,68	72,6
27,64	75	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	27,91	27,87	28,07	20,25	27,99	17,77
-	-	-	-	30,44	4,14	30,46	2,81	30,31	1,52
-	-	-	-	34,98	4,26	35,12	3,43	34,95	1,93
-	-	-	-	36,50	9,33	36,68	5,68	36,61	5,94
-	-	37,8	20	-	-	-	-	37,84	16,37
-	-	38,58	10	-	-	-	-	38,63	5,30
39,50	100	-	-	-	-	39,61	4,64	39,53	3,48
-	-	-	-	42,41	8,67	42,57	5,69	42,53	3,54
-	-	-	-	45,75	4,21	45,92	2,49	45,8	1,57
-	-	48,05	35	48,2	1,18	-	-	48,08	27
-	-	53,89	20	-	-	-	-	53,94	14,59
-	-	55,06	20	54,83	3,48	55,18	1,13	55,09	17,28
57,08	10	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	60,09	5,37	60,08	5,96	60,01	5,47

Keterangan: *Swanson, dkk., 1972. **JCPDS No. 21-1272. ***Botianovi, 2012.

Berdasarkan hasil XRD (Tabel 4.1 dan Gambar 4.3) juga diketahui adanya puncak TiO_2 pada zeolit alam di daerah $2\theta = 25,09^\circ$; $48,05^\circ$ dan $55,06^\circ$. Ini

menunjukkan kemungkinan zeolit alam Malang mengandung TiO_2 . Intensitas ketiga puncak ini meningkat pada difaktogram TiO_2 anatas- K_2O /zeolit (Tabel 4.1). Peningkatan intensitas ini menunjukkan bahwa pengembanan TiO_2 pada zeolit berhasil dilakukan. Hal ini diperkuat dengan adanya puncak baru TiO_2 pada komposit TiO_2 anatas- K_2O /zeolit di daerah $2\theta = 37,84^\circ$; $38,63^\circ$; $53,89^\circ$ dan $62,72^\circ$.

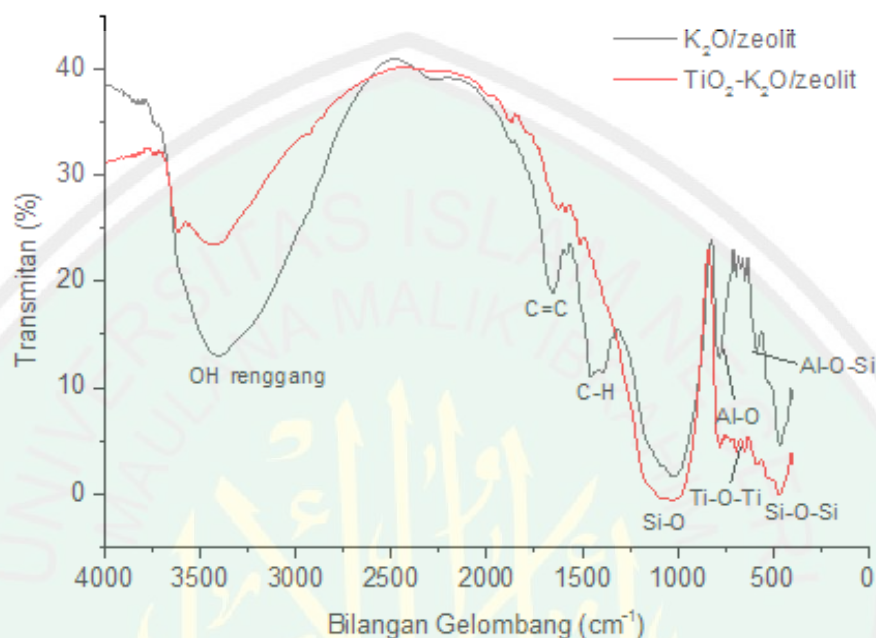


Gambar 4.3. Pola XRD (a) zeolit alam malang (Botaviani, 2012); (b) K_2O /zeolit; (c) TiO_2 anatas- K_2O /zeolit.

4.4.2. Karakterisasi dengan FTIR (*Fourir Transform Infra Red*)

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang ada pada komposit fotokatalis TiO_2 anatas- K_2O /zeolit. Karakterisasi dilakukan dengan membandingkan gugus fungsi yang terdapat pada K_2O /zeolit dan TiO_2 anatas- K_2O /zeolit. Berdasarkan hasil karakterisasi (Gambar 4.4. dan Tabel 4.2.) diketahui pada spektra TiO_2 anatas- K_2O /zeolit muncul serapan dari vibrasi tekuk Ti-O-Ti di daerah 650 cm^{-1} yang sebelumnya tidak ditemukan pada spektra K_2O /zeolit.

Vibrasi tersebut adalah vibrasi khas dari TiO_2 anatase (Al-Taweel dan Haider 2016). Munculnya serapan vibrasi Ti-O-Ti akan memperkuat hasil XRD bahwa TiO_2 telah berhasil diimbangkan pada K_2O /zeolit.



Gambar 4.4. Spektra FTIR komposit K_2O /zeolit dan TiO_2 anatase- K_2O /zeolit

Tabel 4.2. Serapan IR komposit K_2O /zeolit dan TiO_2 anatase- K_2O /zeolit

Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Interpretasi
$\text{K}_2\text{O}/\text{Zeolit}$	$\text{TiO}_2\text{anatase-}\text{K}_2\text{O}/\text{Zeolit}$		
3399,5	3444,8	3700-3200*	O-H regang dari SiOH
1652,8	-	1610*	C=C regang dari Si-CH=CH ₂
1454,6	-	1410*	C-H ₂ tekuk dari Si-CH=CH ₂
1032,2	1030,7	1030**	Si-O regang
780,4	777,6	790**	Al-O regang
584,5	583,9	525**	Al-O-Si tekuk
-	650	700-500***	Ti-O-Ti tekuk dari TiO_2
461,6	465,1	460**	Si-O-Si tekuk

Keterangan: * Socrates, 1994. ** Carlson, 2004. ***Utubira dkk., 2016.

Intensitas serapan vibrasi gugus OH dari silanol (SiOH) di daerah 3400 cm^{-1} pada spektra TiO_2 - K_2O /zeolit mengalami penurunan dibanding dengan spektra K_2O /zeolit. Hal ini dimungkinkan karena adanya logam titanium menyebabkan

berkurangnya gugus OH dari silanol sehingga intensitasnya menurun. Adanya serapan Si-CH=CH₂ di daerah 1650 cm⁻¹ dan 1450 cm⁻¹ pada spektra K₂O/zeolit menunjukkan masih adanya pengotor organik pada zeolit. sedangkan pada spektra TiO₂-K₂O/zeolit serapan tersebut menghilang. Hal ini dimungkinkan karena proses kalsinasi yang kedua kalinya menyebabkan hilangnya pengotor organik.

Serapan di daerah 460, 525, 790 dan 1030 cm⁻¹ menunjukkan serapan gugus fungsi khas dari kerangka silika alumina zeolit (Carlson, 2004). Tidak adanya perubahan puncak pada serapan ini menunjukkan bahwa setelah penambahan TiO₂, kerangka silika alumina pada zeolit tidak mengalami perubahan struktur. Adapun hilangnya serapan C-H pada spektra TiO₂anatase-K₂O/zeolit di daerah 1454,6 cm⁻¹ menunjukkan hilangnya pengotor organik akibat kalsinasi kedua kalinya dari pengembangan zeolit.

4.5. Uji Pengaruh Variasi Penambahan Fotokatalis

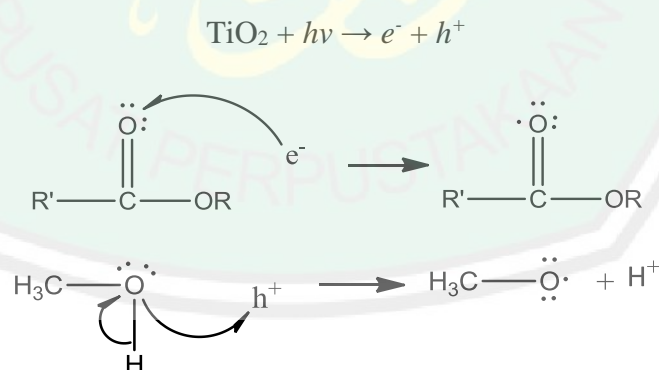
4.5.1. Proses Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

Komposit TiO₂anatase-K₂O/zeolit yang telah dikarakterisasi kemudian digunakan sebagai fotokatalis pada reaksi transesterifikasi untuk pembuatan biodiesel. Penambahan fotokatalis sangat mempengaruhi hasil konversi biodiesel. Semakin besar penambahan fotokatalis, akan semakin tinggi pula kadar biodiesel yang diperoleh. Ketika penambahan mencapai kondisi optimumnya, penambahan fotokatalis tidak mempengaruhi kadar biodiesel (Vyas, dkk. 2011). Oleh karena itu pada penelitian ini dilakukan variasi penambahan fotokatalis TiO₂anatase-K₂O/zeolit 10, 15 dan 20 % dari berat minyak untuk mengetahui variasi penambahan fotokatalis paling efektif dalam pembuatan biodiesel.

Reaksi transesterifikasi dilakukan dalam reaktor sederhana dengan sumber lampu UV pada kondisi suhu ruang selama 4 jam dengan perbandingan mol minyak dan metanol 1:7. Dalam reaksi ini, komposit TiO_2 anatasa- K_2O /zeolit bertindak sebagai katalis bifungsional. Ketika reaksi berlangsung, diwaktu yang sama TiO_2 berfungsi sebagai fotokatalis dan K_2O berfungsi sebagai katalis basa heterogen. Sedangkan zeolit berfungsi sebagai pengemban dari dua sisi aktif tersebut (TiO_2 dan K_2O).

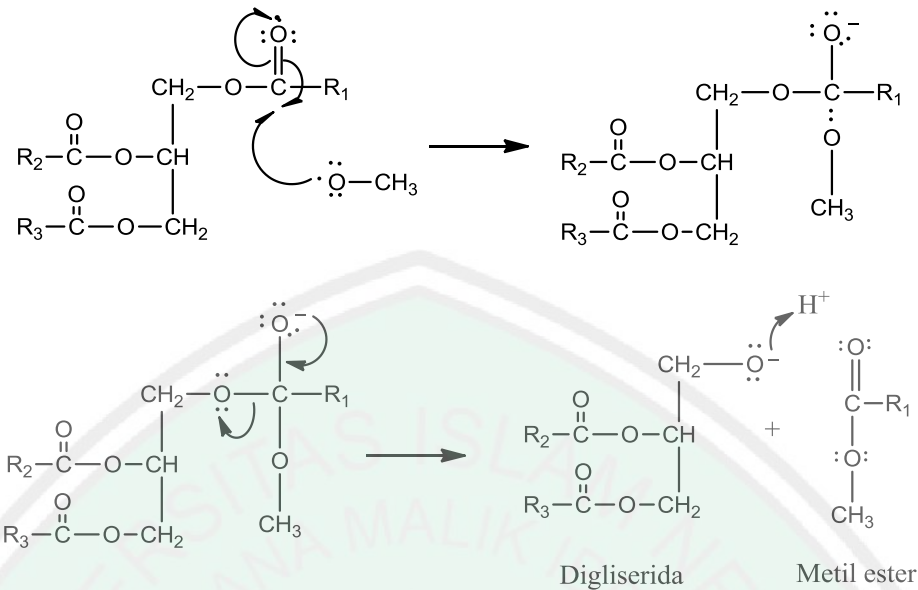
a. Mekanisme reaksi dengan fotokatalis TiO_2

Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan fotokatalis TiO_2 diawali dengan proses transfer metanol dan minyak jarak (trigliserida) ke permukaan TiO_2 . Proses ini dipercepat oleh proses pengadukan yang kuat. Kemudian metanol dan trigliserida akan teradsorpsi pada permukaan fotokatalis (Corro, dkk., 2012). Pada proses adsorpsi ini terjadi reaksi foto-transesterifikasi. Mekanismenya dijelaskan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Reaksi elektron dan hole pada fotokatalis (Corro, dkk 2012)

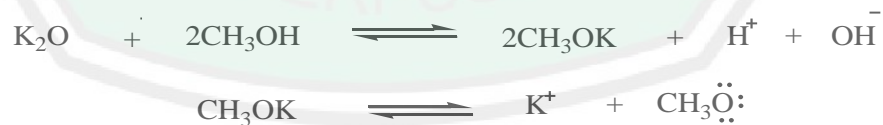
Elektron akan bereaksi dengan trigliserida menghasilkan radikal $\text{RCO}\cdot\text{OR}$, sedangkan hole akan bereaksi dengan metanol menghasilkan radikal $\text{CH}_3\text{O}\cdot$. Kedua radikal ini akan bereaksi membentuk metil ester (Gambar 4.6). Selanjutnya metil ester akan terdesorpsi dari permukaan fotokatalis.



Gambar 4.6. Mekanisme reaksi senyawa radikal menjadi metil ester mengacu pada penelitian Corro, dkk. (2012)

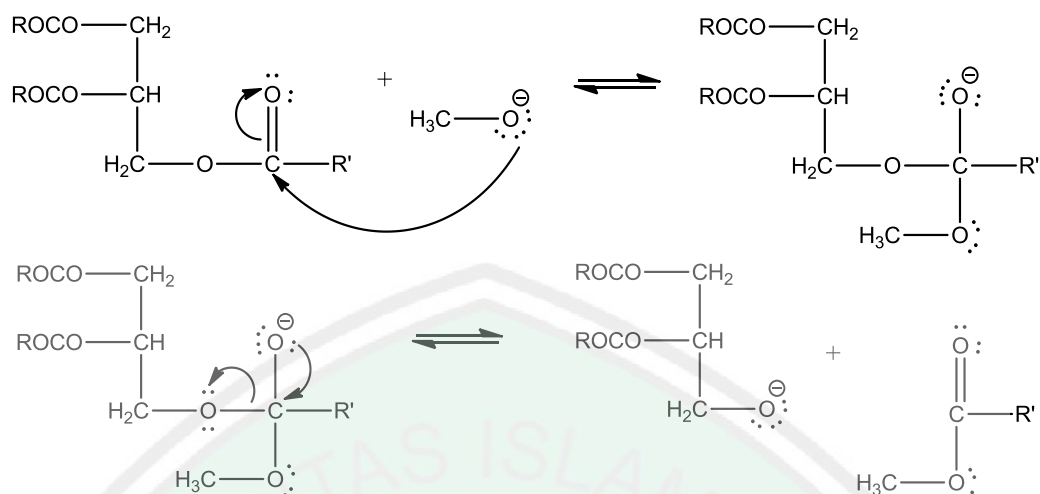
b. Mekanisme reaksi dengan katalis K_2O

Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis K_2O diawali dengan reaksi metanol dengan K_2O . Berdasarkan teori asam-basa Lewis, K_2O yang merupakan basa kuat (donor pasangan elektron) akan menyerang atom H dari metanol yang bertindak sebagai asam lemah (penerima pasangan elektron). Hasil dari reaksi ini akan terbentuk ion metoksida (Gambar 4.7).



Gambar 4.7 Pembentukan ion metoksida (Kusuma, dkk., 2013)

Ion metoksida merupakan nukleofil kuat. Hal ini menyebabkan ion metoksida sangat reaktif dan mampu menyerang $C=O$ (karbonil) yang ada pada trigliserida (Gambar 4.8). Hasil akhir didapat metil ester (biodiesel) dengan produk samping berupa gliserol.



Gambar 4.8 Pembentukan Metil Ester (Kusuma, dkk., 2013)

Proses pemisahan produk hasil reaksi (biodiesel) dari reaksi samping (gliserol) dilakukan dengan ekstraksi cair-cair. Pelarut yang digunakan adalah akuades. Berdasarkan prinsip *like dissolve likes*, gliserol akan lebih kuat berinteraksi dengan akuades (keduanya bersifat polar) dibanding dengan biodiesel (metil ester rantai panjang) yang bersifat non polar. Penambahan akuades menyebabkan terbentuknya 2 lapisan. Lapisan atas metil ester dan lapisan bawah gliserol dan air. Produk reaksi yang telah dipisahkan di timbang untuk diketahui rendamennya. Berdasarkan Tabel 4.3. diketahui bahwa penambahan 15% fotokatalis menghasilkan rendamen terbanyak.

Tabel 4.3. Rendamen produk hasil reaksi

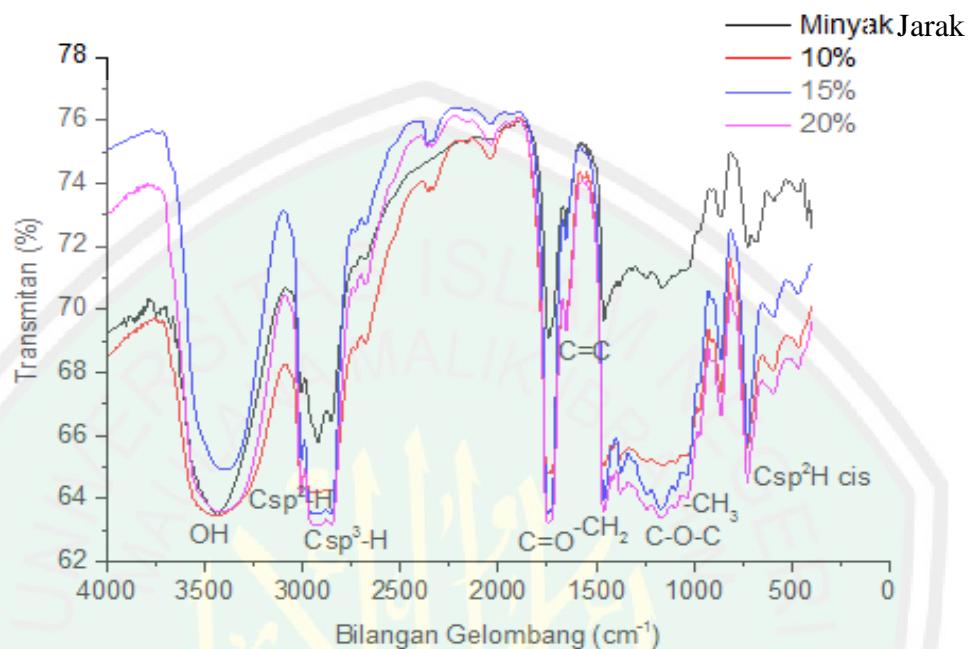
Variasi Penambahan Fotokatalis	Rendamen (%)
10 %	61,032
15 %	79,884
20 %	65,388

4.5.2. Analisis Produk Hasil Reaksi

4.5.2.1 Analisis FTIR (*Fourir Transform Infra Red*)

Analisis FTIR ini bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi pada tiga produk reaksi (variasi penambahan fotokatalis 10, 15 dan 20%). Analisis FTIR ini

digunakan untuk menguatkan hasil spektroskopi massa dalam menentukan jenis metil ester yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi.



Keterangan: 10%, 15%, 20% = variasi penambahan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-K}_2\text{O/zeolit}$

Gambar 4.9. Spektra FTIR minyak jarak dan produk reaksi

Tabel 4.3. Interpretasi gugus fungsi pada metil ester hasil reaksi

Bilangan Gelombang (cm^{-1})				Bilangan Gelombang (cm^{-1})*	Interpretasi
Minyak	10%	15%	20%		
3447,7	3416,3	3400,9	3422,4	3500-3400	OH regang alkohol
3008	3008,2	3007,6	3008,2	3100-3000	Csp^2H regang alkena
2924,5	2924,6	2962,1	2925,6	2800-2000	Csp^3H regang alkana
1741,4	1744,2	1743,4	1744,1	1750-1725	$\text{C}=\text{O}$ regang ester
1653,7	1654,1	1654,5	1653,6	1700-1600	$\text{C}=\text{C}$ regang alkena
1459,2	1457,9	1459,4	1459,4	1600-1450	$-\text{CH}_2$ regang
1360,7	1381,3	1374,8	1376,7	1380-1340	$-\text{CH}_3$ regang
1241,5	1241,7	1240,6	1240,3	1300-1100	$\text{C}-\text{O}-\text{C}$ regang ester
723,5	724,7	724,9	724,7	730-675	Csp^2HCis tekuk

Keterangan: 10%, 15%, 20% = penambahan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-K}_2\text{O/zeolit}$ sebanyak 10, 15 dan 20%.
*Socrates (1994)

Hasil analisis FTIR ketiga produk reaksi (10, 15 dan 20 %) tersebut memiliki pola spektra yang mirip, yaitu (Gambar 4.9 dan Tabel 4.4) diketahui adanya serapan vibrasi regangan $\text{C}=\text{O}$ khas ester pada 1740 cm^{-1} . Williams & Ian,

(2008) menjelaskan bahwa vibrasi C=O di daerah 1740 cm^{-1} menunjukkan ester, jika di daerah 1710 cm^{-1} menunjukkan karboksilat dan keton, dan pada 1730 cm^{-1} menunjukkan aldehid. Selain itu juga diketahui adanya serapan C-O-C ester pada 1240 cm^{-1} .

Adanya serapan dari vibrasi Csp^2H pada 3000 cm^{-1} dan vibrasi C=C pada 1650 cm^{-1} merupakan serapan dari alkena. Selain itu juga diketahui munculnya vibrasi OH alkohol pada 3400 cm^{-1} yang sesuai dengan hasil penelitian Goswami (2011) dan Amalia (2012). Berdasarkan analisis FTIR ini diketahui bahwa produk reaksi adalah senyawa ester yang mempunyai ikatan rangkap alkena dan gugus alkohol. Ciri-ciri ini mirip dengan metil ester risinoleat.

Pola spektra FTIR ketiga produk reaksi ini hampir sama dengan spektra FTIR minyak jarak. Perbedaan yang mencolok terlihat pada kuat dan lebar puncak serapannya (Gambar 4.9). Perbedaan tersebut terlihat pada serapan vibrasi gugus C=O, C-O-C dan *Cis*- Csp^2H pada produk reaksi yang lebih lebar dan tajam dibandingkan pada minyak. Vibrasi tersebut adalah vibrasi khas gugus ester. Hal ini menunjukkan bahwa kadar ester dalam produk reaksi lebih banyak dibandingkan pada minyak jarak. Ini dikarenakan pada saat reaksi transesterifikasi, trigliserida minyak jarak terpecah menjadi ester-ester yang lebih sederhana (metil ester).

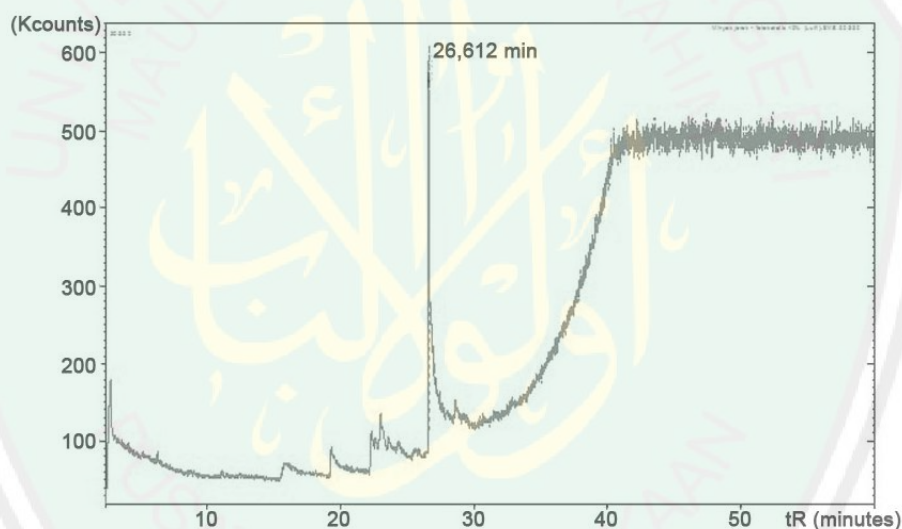
4.5.2.2 Analisis GC-MS (*Gas Chromatography-Massa Spectrometry*)

Analisis GC-MS bertujuan untuk mengetahui banyaknya komponen dalam produk reaksi berdasarkan banyaknya puncak dan luas area yang terdapat pada kromatogram GC. Selain itu juga untuk meramalkan bentuk struktur masing-

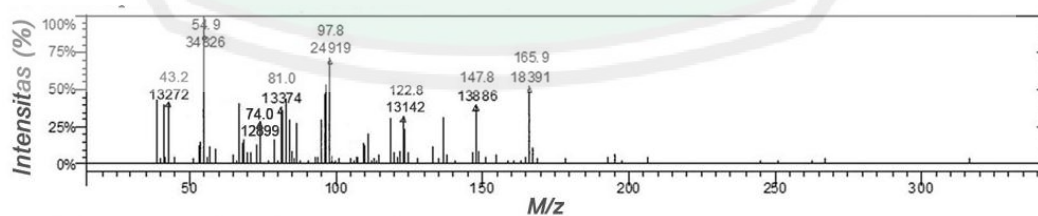
masing komponen berdasarkan berat molekul dan pola fragmentasi yang dihasilkan dari spektra massa.

a. Analisis GC-MS produk reaksi pada penambahan 10 % fotokatalis

Berdasarkan kromatogram GC (Gambar 4.10.) diketahui bahwa produk reaksi pada penambahan fotokatalis TiO_2 anatas- K_2O /zeolit 10 % hanya ditemukan satu puncak pada waktu retensi (tR) 26,612 menit dengan luas area 113697 counts. Hal ini menunjukkan hanya ada satu senyawa yang terdeteksi oleh detektor GC dalam produk reaksi.



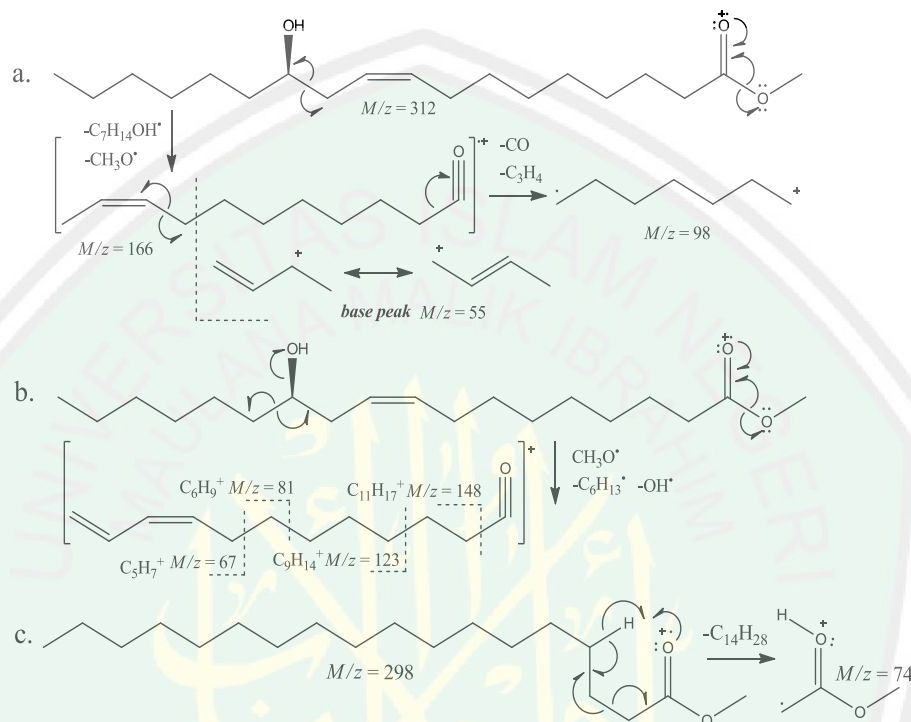
Gambar 4.10. Kromatogram produk reaksi pada penambahan 10 % fotokatalis



Gambar 4.11. Spektra massa tR 26,612 yang diprediksi sebagai metil risinoleat

Berdasarkan hasil MS (*Massa Spectrometry*) puncak tersebut memiliki pola fragmentasi pada m/z : 43, 55, 74, 98, 123, 148 dan 166 dengan m/z 55 sebagai puncak dasar (puncak dengan intensitas tertinggi) (Gambar 4.11). Pola

frangmentasi tersebut sesuai dengan standart metil risinoleat (Massbank. No. Jp010882). Berdasarkan *MAINLIB Library* diketahui bahwa probabilitas tertinggi senyawa tersebut adalah metil risinoleat.

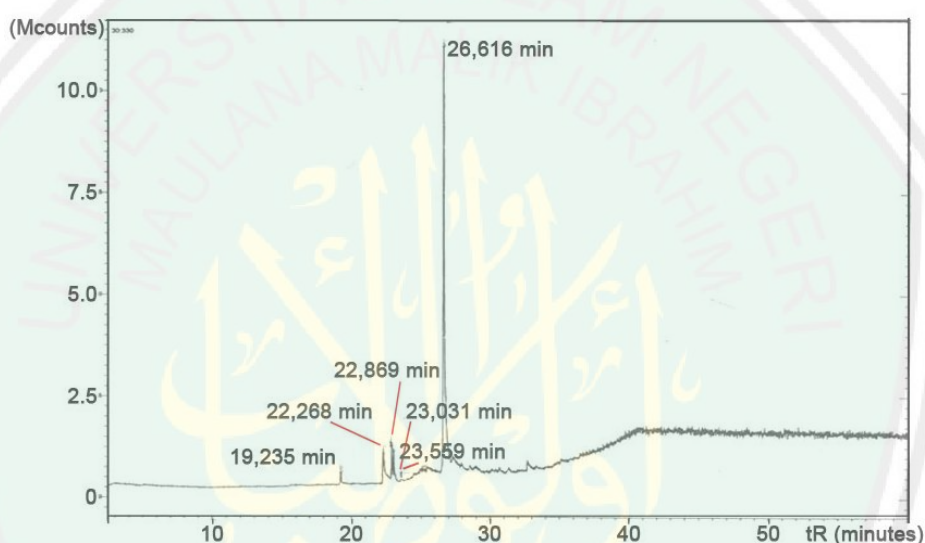


Gambar 4.12. Perkiraan pola frangmentasi metil risinoleat

Berdasarkan Gambar 4.11. puncak ion molekul (m/z 312) tidak nampak. Hal ini dikarenakan ion molekul tidak stabil sehingga sangat mudah mengalami fragmentasi (Williams, 2008). Fragmen $m/z = 166$, 98 dan 55 terbentuk akibat pemutusan ikatan didekat gugus karbonil dan hidroksil yang kemudian terfragmentasi mengikuti deret khas hidrokarbon. Fragmen m/z 55 memiliki intensitas/kelimpahan yang paling tinggi dikarenakan cukup stabil dan sulit terfragmentasi lagi (Gambar 4.12a). Terbentuknya fragmen m/z 148, 123 dan 81 juga diawali dengan pemutusan ikatan didekat gugus karbonil dan hidroksil (Gambar 4.12b). Fragmen m/z 74 terbentuk mengikuti pola McLafferty yang merupakan fragmen khas metil ester (Gambar 4.12c).

b. Analisis GC-MS produk reaksi pada penambahan 15 % fotokatalis

Berdasarkan kromatogram GC (Gambar 4.13) diketahui bahwa produk reaksi pada penambahan fotokatalis TiO₂anatas-K₂O/zeolit 15 % ditemukan enam puncak berbeda dengan puncak pada waktu retensi 26,616 memiliki intensitas tertinggi (Gambar 4.13 dan Tabel 4.5). Ini menunjukkan bahwa produk reaksi ini mengandung 6 macam senyawa yang berbeda.



Gambar 4.13. Kromatogram produk reaksi pada penambahan 15 % fotokatalis

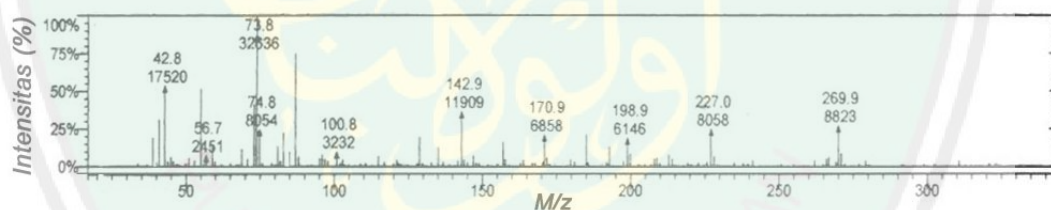
Tabel 4.5. Hasil GC produk reaksi pada penambahan 15% fotokatalis

No	Waktu Retensi (menit)	Luas Area (counts)	Kadar (%)
1	19,235	99512	2,84
2	22,268	504574	14,39
3	22,869	279398	7,97
4	23,031	108986	3,11
5	23,559	60062	1,71
6	26,616	2453885	69,98

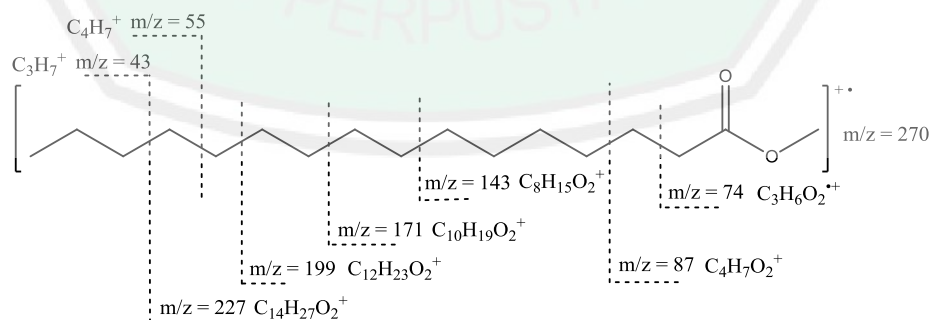
Perbedaan waktu retensi (tR) pada masing-masing senyawa disebabkan oleh perbedaan struktur senyawa. Semakin panjang rantai karbon suatu senyawa, akan semakin besar titik didihnya dan semakin nonpolar. Hal ini menyebabkan senyawa tersebut sulit menguap sehingga waktu retensi (tR) semakin besar. Selain

itu, semakin panjangnya rantai karbon menyebabkan interaksi senyawa dengan fasa diam (non polar) semakin kuat. Ini menyebabkan senyawa cukup lama tertahan dalam kolom sehingga waktu retensi (tR) semakin besar.

Jumlah ikatan rangkap pada suatu senyawa juga mempengaruhi waktu retensi. Semakin banyak ikatan rangkap menyebabkan bertambahnya sifat kepolaran senyawa. Hal ini menyebabkan interaksi senyawa dengan fasa diam menjadi berkurang, sehingga waktu retensi semakin kecil. Effendy (2006) menjelaskan bahwa semakin tinggi perbedaan elektronegatifitas senyawa, semakin tinggi pula tingkat kepolarannya. Elektronegatifitas senyawa bertambah dengan bertambahnya karakter s pada orbital hibridanya. Elektronegatifitas ikatan rangkap (Csp^2) > ikatan tunggal (Csp^3). Sehingga adanya ikatan rangkap pada rantai karbon menyebabkan sifat kepolarannya bertambah.



Gambar 4.14. Spektra massa tR 19,235 yang diprediksi sebagai metil palmitat

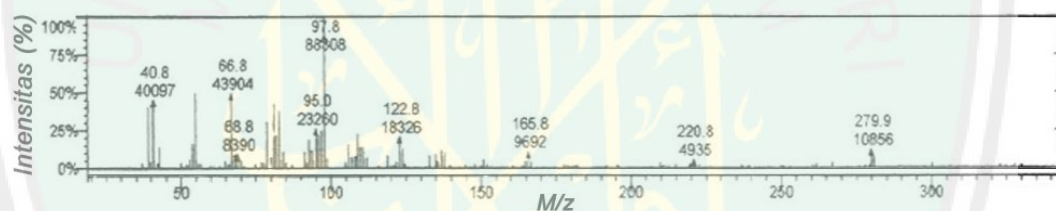


Gambar 4.15. Perkiraan pola frangmentasi metil palmitat

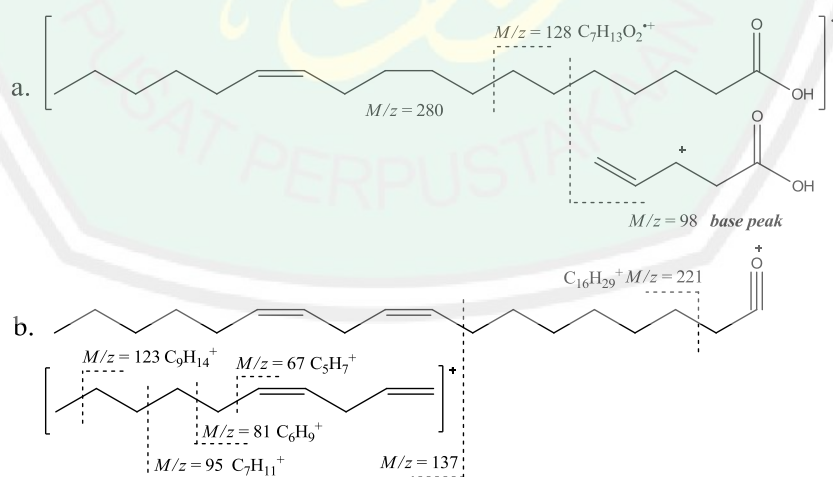
Puncak dengan tR 19,235 memiliki pola fragmentasi pada m/z : 43, 55, 74, 87, 143, 171, 199, 227 dan 270 dengan 74 sebagai puncak dasar (Gambar 4.14).

Pola fragmentasi tersebut mirip dengan standar metil palmitat (Webbook.nist. No. 333716). Pola fragmentasi metil palmitat mengikuti pola deret hidrokarbon. Hanya fragmen m/z 74 yang mengikuti pola McLafferty (Gambar 4.15).

Puncak dengan tR 22,268 memiliki pola fragmentasi pada m/z : 41, 55, 67, 95, 98, 123, 165, 221 dan 280 dengan 98 sebagai puncak dasar (Gambar 4.16). Pola fragmentasi tersebut mirip dengan standar asam linoleat dengan 98 sebagai puncak dasarnya (Webbook.nist. No. 229327). Pola fragmentasi asam linoleat mengikuti pola deret hidrokarbon (Gambar 4.17). Fragmen m/z 98 mempunyai kelimpahan yang besar dikarenakan cukup stabil dan strukturnya berbeda dengan fragmen m/z 98 milik metil ester (Gambar 4.17a).



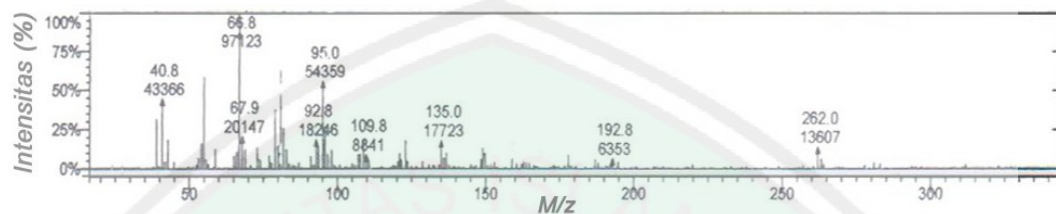
Gambar 4.16. Spektra massa tR 22,268 yang diprediksi sebagai asam linoleat



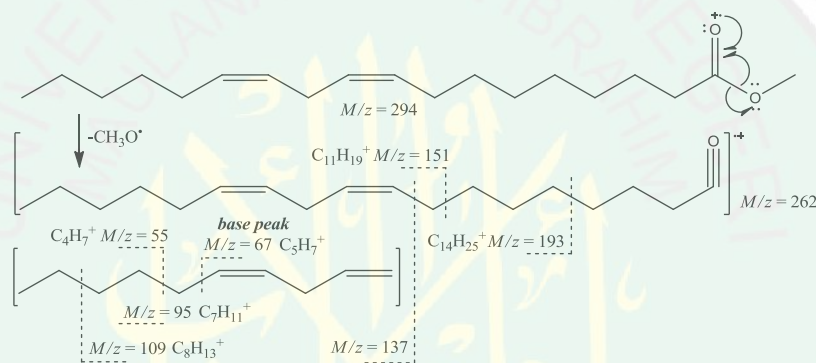
Gambar 4.17. Perkiraan pola fragmentasi asam linoleat

Puncak dengan tR 22,869 memiliki pola fragmentasi pada m/z : 41, 67, 81, 95, 193 dan 262 dengan 67 sebagai puncak dasar (Gambar 4.18). Pola fragmentasi

tersebut sesuai dengan standar metil linoleat (Webbook.nist. No. 333205) dan MAINLIB Library dengan 67 sebagai puncak dasarnya. Pola fragmentasi diawali dengan pemutusan ikatan yang mirip dengan pola α cleavage (Gambar 4.19).

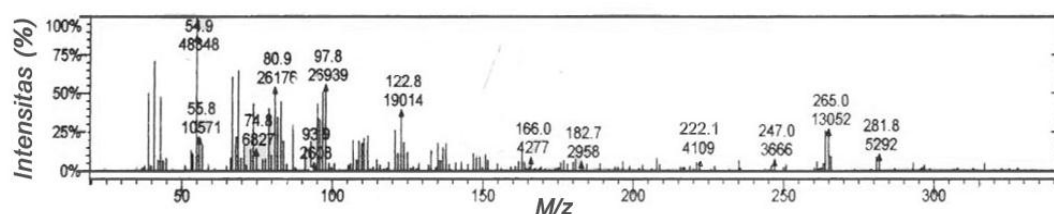


Gambar 4.18. Spektra massa tR 22,869 yang diprediksi sebagai metil linoleat

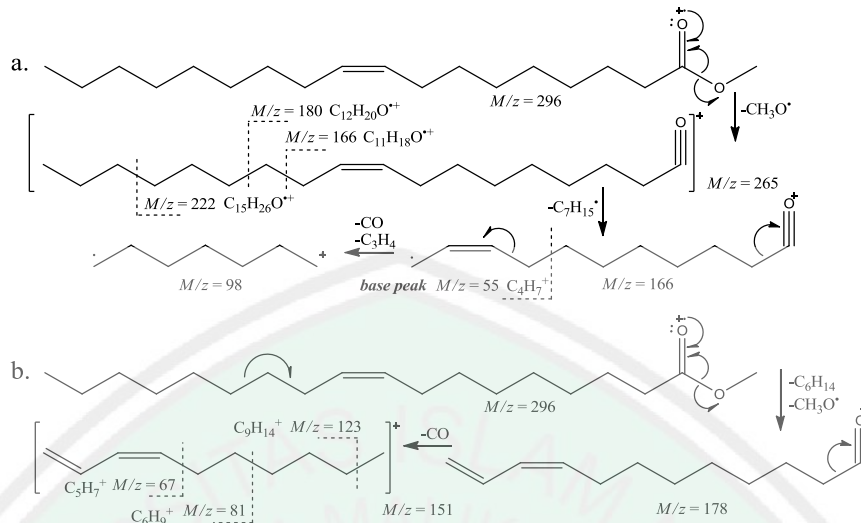


Gambar 4.19. Perkiraan pola fragmentasi metil linoleat

Puncak dengan tR 23,013 memiliki pola fragmentasi pada m/z : 55, 74, 69, 81, 98, 166, 222 dan 265 dengan 55 sebagai puncak dasar (Gambar 4.20). Pola fragmentasi tersebut mirip dengan standar metil oleat dengan 55 sebagai puncak dasarnya (Webbook.nist. No. 333597). Berdasarkan MAINLIB Library juga menunjukkan adanya probabilitas metil oleat. Pola fragmentasinya mirip seperti metil ester lainnya (metil risinoleat dan linoleat) (Gambar 21).

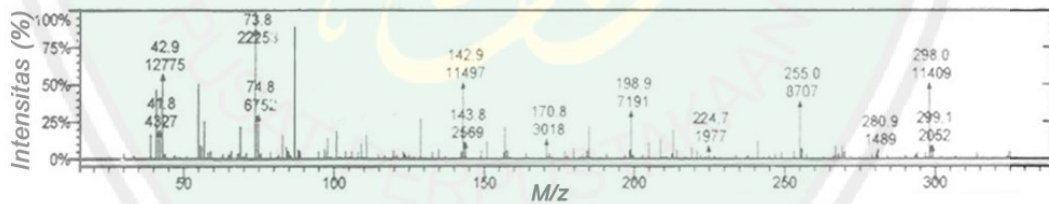


Gambar 4.20. Spektra massa tR 23,013 yang diprediksi sebagai metil oleat

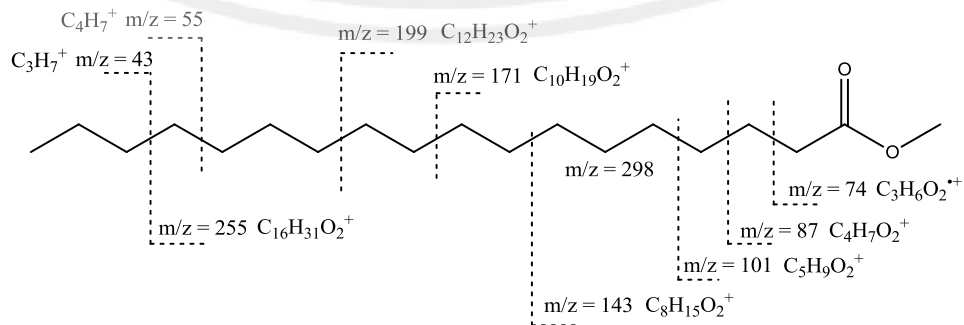


Gambar 4.21. Perkiraan pola frangmentasi metil oleat

Puncak dengan tR 23,559 memiliki pola fragmentasi pada m/z : 55, 74, 87, 101, 143, 157, 171, 199 dan 255 dengan 74 sebagai puncak dasar (Gambar 4.22). Pola fragmentasi tersebut sesuai dengan standar metil stearat (Webbook.nist. No. 291031) dan MAINLIB Library. Berdasarkan Gambar 4.23, pola fragmentasi metil stearat mengikuti pola deret hidrokarbon.

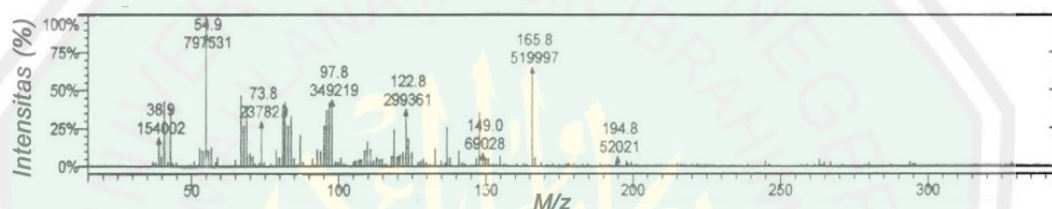


Gambar 4.22. Spektra massa tR 23,559 yang diprediksi sebagai metil stearat



Gambar 4.23. Perkiraan pola frangmentasi metil stearate

Puncak dengan tR 26,616 memiliki pola fragmentasi pada m/z : 43, 55, 74, 97, 123 dan 166 dengan m/z 55 sebagai puncak dasar (puncak dengan intensitas tertinggi) (Gambar 4.24). Pola fragmentasi tersebut sesuai dengan standart metil risinoleat (Massbank. No. Jp010882). Berdasarkan *MAINLIB Library* diketahui bahwa probabilitas tertinggi senyawa tersebut adalah metil risinoleat. Pola fragmentasi senyawa ini sama dengan pola fragmentasi metil risinoleat pada Gambar 4.12.

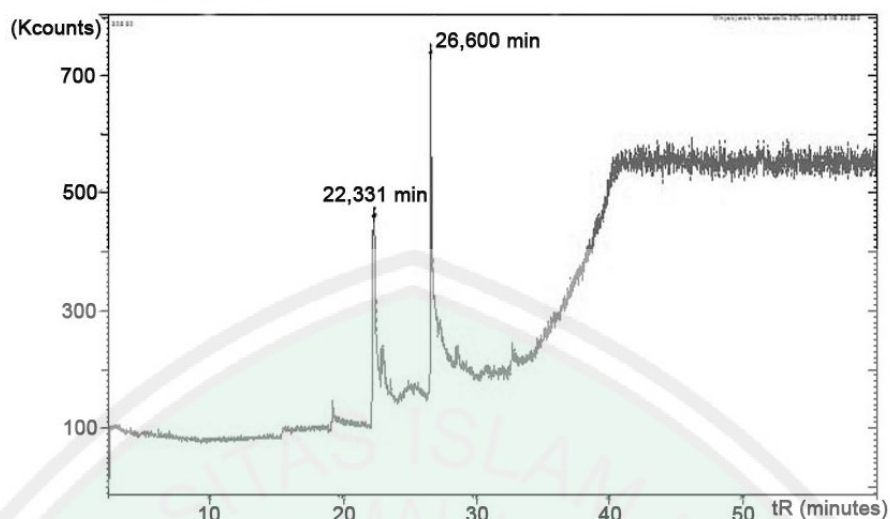


Gambar 4.24. Spektra massa tR 26,616 yang diprediksi sebagai metil risinoleat

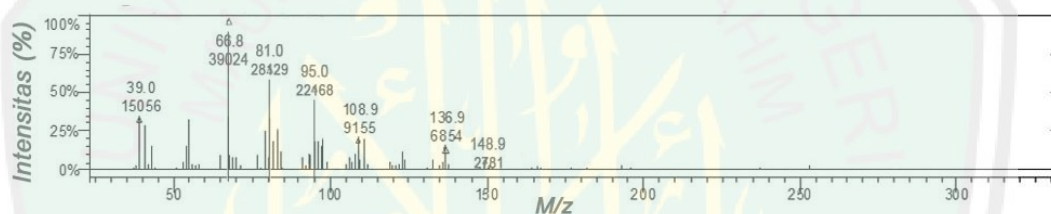
c. Analisis GC-MS produk reaksi pada penambahan 20 % fotokatalis

Berdasarkan kromatogram GC (Gambar 4.25) diketahui bahwa produk reaksi pada penambahan fotokatalis TiO_2 anatasa- K_2O /zeolit 20 % ditemukan dua puncak pada waktu retensi (tR) 22,331 menit dengan luas area 138309 counts dan 26,600 menit dengan luas area 150329 counts. Ini menunjukkan bahwa produk reaksi ini mengandung dua macam senyawa yang berbeda.

Puncak dengan tR 22,331 memiliki pola fragmentasi pada m/z : 55, 67, 81, 95, 109, 137 dan 149 dengan 67 sebagai puncak dasar (Gambar 4.26). Pola fragmentasi tersebut sesuai dengan standar metil linoleat (Webbook.nist. No. 333205). Berdasarkan *MAINLIB Library* juga menunjukkan adanya probabilitas bahwa senyawa tersebut adalah metil linoleat. Pola fragmentasinya sesuai dengan penjelasan pada Gambar 4.19.

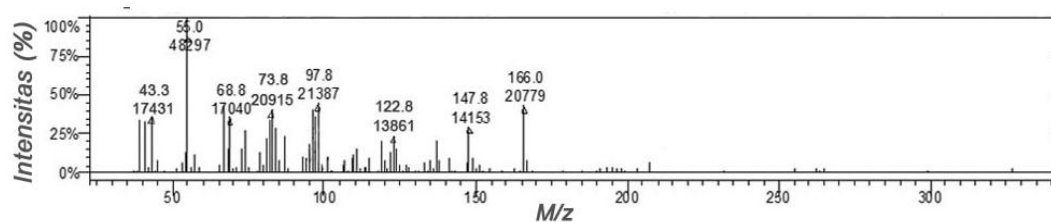


Gambar 4.25. Kromatogram produk reaksi pada penambahan 20 % fotokatalis



Gambar 4.26. Spektra massa tR 22,331 yang diprediksi sebagai metil linoleat

Puncak dengan tR 26,600 memiliki pola fragmentasi pada: m/z 43, 55, 74, 98, 123 dan 166 dengan m/z 55 sebagai puncak dasar (puncak dengan intensitas tertinggi) (Gambar 4.27). Pola fragmentasi tersebut sesuai dengan standart metil risinoleat (Massbank. No. Jp010882). Berdasarkan *MAINLIB Library* diketahui bahwa probabilitas tertinggi senyawa tersebut adalah metil risinoleat. Pola fragmentasinya sesuai dengan penjelasan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.27. Spektra massa tR 26,600 yang diprediksi sebagai metil risinoleat

Hasil akhir analisis GC-MS ini diketahui komposisi senyawa-senyawa yang terkandung dalam produk reaksi beserta kadarnya. Kadar (%) masing-masing senyawa diperoleh dari perbandingan luas area masing-masing puncak dengan luas area total (perhitungan pada Lampiran 3.5). Selain itu juga diketahui bahwa ketiga produk reaksi merupakan senyawa metil ester (biodiesel) dengan komposisi terbesarnya berupa metil risinoleat (Tabel 4.6). Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Ola, dkk. (2013) bahwa komposisi terbesar dalam biodiesel hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak (*castor oil*) adalah metil risinoleat.

Berdasarkan hasil total metil ester yang didapat GC-MS (Tabel 4.6) dan rendamen hasil reaksi (Tabel 4.3) dapat ditentukan kadar (*yield*) biodiesel (perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 3.6). Hasil perhitungan dapat diketahui kadar biodiesel pada penambahan fotokatalis 10, 15 dan 20 % berturut-turut adalah 59,602; 66,479; dan 63,708 %. Sehingga berdasarkan penelitian ini diketahui bahwa penambahan 15 % fotokatalis TiO₂anatas-K₂O/zeolit adalah paling efektif digunakan untuk reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel dari minyak jarak dibanding penambahan 10 dan 20 %.

Tabel 4.6. Komposisi biodiesel berdasarkan hasil GC-MS

Variasi	tR (menit)	Komposisi	Kadar (%)	Total metil ester (%)
10 %	26,612	Metil risinoleat	100	100
15 %	19,235	Metil palmitat	2,84	85,61
	22,268	Asam linoleat	14,39	
	22,869	Metil linoleat	7,97	
	23,013	Metil oleat	3,11	
	23,559	Metil stearat	1,71	
	26,616	Metil risinoleat	69,98	
20 %	22,331	Metil linoleat	47,92	100
	26,600	Metil risinoleat	52,08	

4.5. Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi

Analisis biodiesel yang dilakukan dalam penelitian ini diantaranya adalah analisis kadar air, asam lemak bebas dan densitas. Hasil analisis pada Tabel 4.7 menunjukkan bahwa hanya kadar asam lemak bebas yang sesuai dengan SNI biodiesel. Kadar air dalam biodiesel masih cukup tinggi dikarenakan proses pemisahan masih kurang sempurna. Air sebagai pelarut dalam proses pemisahan masih tercampur dalam biodiesel.

Densitas metil ester yang dihasilkan juga tidak sesuai SNI biodiesel. Hal ini dikarenakan metode analisis dan suhu yang digunakan berbeda dengan SNI. Pada penelitian ini alat yang digunakan adalah piknometer dan dilakukan pada suhu ruang. Ini berbeda dengan SNI yang menggunakan densimeter atau hidrometer dan dilakukan pada suhu 40 °C (SNI 7182, 2015). Akan tetapi dalam beberapa penelitian sebelumnya (Setyadji, dkk., 2003 dan Saribiyik, dkk., 2010), untuk biodiesel dari minyak jarak (*ricinus Communis*) memiliki densitas 0,92-0,93 gr/mL.

Tabel. 4.7. Analisis biodiesel hasil reaksi

Variasi Komposit	Kadar Air (%)	FFA (mg-KOH/g)	Densitas (g/mL)
10 %	2,35	0,083	0,940
15 %	2,80	0,107	0,939
20 %	2,50	0,095	0,929
Minyak jarak	0,52	0,101	0,944
Standar SNI	max. 0,05	max. 0,8	0,85 – 0,89

4.6. Integrasi Penelitian dengan Islam

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh fotokatalis TiO₂anatase-K₂O/zeolit. Fotokatalis ini digunakan pada reaksi transesterifikasi minyak jarak untuk pembuatan biodiesel. Hasil reaksi diperoleh biodiesel tertinggi pada penambahan 15% fotokatalis dengan *yield* biodiesel 68,389%. Hasil penelitian

ini menunjukkan bahwa biji jarak yang beracun, tidak dapat dikonsumsi dan dipandang orang awam kurang berguna, ternyata memiliki manfaat yang sangat besar. Diantaranya yaitu sebagai bahan baku pembuatan biodiesel yang merupakan bahan bakar alternatif untuk menanggulangi kelangkaan bahan bakar minyak bumi. Selain itu dari penelitian ini juga diketahui bahwa zeolit alam yang jumlahnya sangat melimpah di Indonesia tetapi kurang begitu dimanfaatkan, ternyata terbukti dapat digunakan sebagai katalis pada pembuatan biodiesel.

Hasil penelitian ini membuktikan bahwa semua yang ada di dunia ini (seperti biji jarak dan zeolit) mempunyai manfaat. Dan hanya orang-orang yang berpengetahuan yang dapat mengetahui manfaatnya. Hal ini sesuai dengan firman Allah dalam surat Ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ (١٩٥) الَّذِينَ يَذْكُرُونَ
 اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطِيلاً
 سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

Artinya: “*Sesungguhnya, dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang, terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka”*” .

Berdasarkan ayat diatas dijelaskan bahwa semua ciptaan Allah yang ada di langit dan di bumi tidak ada yang sia-sia. Semuanya mempunyai nilai kemanfaatan. Dan hanya orang yang berakal (أُولِي الْأَلْبَابِ) yang mampu mengetahuinya.

Mayoritas orang awam memandang zeolit dan minyak jarak kurang begitu berguna. Akan tetapi ditangan para ilmuwan (أُولِي الْأَلْبَابِ) zeolit dan minyak jarak

memiliki berbagai manfaat. Salah satunya digunakan sebagai bahan untuk pembuatan biodiesel. Proses riset yang dilakukan oleh para ilmuwan ini jika diimbangi dengan *dzikruAllah* (mengingat Allah), akan semakin meningkatkan keimanan mereka atas kebesaran Allah, yang akhirnya di akhir ayat ini mereka (لَا إِلَهَ إِلَّا اللَّهُ) mengetahui bahwa semua ciptaan Allah tidak ada yang sia-sia.



BAB V

KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Berdasarkan hasil reaksi transesterifikasi dengan variasi penambahan komposit fotokatalis TiO_2 anatas- K_2O /zeolit 10, 15 dan 20 % pada proses pembuatan biodiesel didapatkan yield biodiesel berturut-turut adalah 59,602, 66,479 dan 63,708 %. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah penambahan fotokatalis yang optimum adalah 15 % dari berat minyak.
2. Karakteristik biodiesel yang dihasilkan pada penambahan 10, 15 dan 20 % fotokatalis secara berturut-turut yaitu meliputi kadar air 2,35; 2,80 dan 2,50 %. Kadar asam lemak bebas 0,083; 0,107 dan 0,095 mg-KOH/g. Densitas 0,94; 0,939 dan 0,929 g/mL.

5.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui kondisi optimum dari suhu reaksi, waktu reaksi dan perbandingan mol minyak dengan metanol pada reaksi transesterifikasi menggunakan komposit fotokatalis TiO_2 anatas- K_2O /zeolit. Selain itu juga perlu dilakukan proses pemisahan yang lebih optimal, sehingga kadar air dalam biodiesel tidak terlalu tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Taweel, S dan Haider R. Saud. 2016. New Route for Synthesis of Pure Anatase TiO₂ Nanoparticles Via Ultrasound Assisted Sol-Gel Method. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*. Volume 8: 620-626
- Amalia, S. 2012. Sintesis Senyawa Risinoleil Dietanolamida Melalui Reaksi Amidasi Asam Risinoleat dengan Dietanolamina. *Jurnal Sainstis*. Volume 1: 2089-0699
- Angelia, S. R. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Fotokatalis TiO₂ Anatas dan Rutil Teraktivasi dengan Zeolit Alam Teraktivasi serta Uji Aktivasinya pada Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas [skripsi]. Malang: Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim
- Aziz, Isalmi; Siti Nurbayti dan Arif R. H. 2012. Uji Karakteristik Biodiesel yang Dihasilkan dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan Katalis Zeolit Alam (H-Zeolit) dan KOH. *Valensi*. Volume 2: 514-547
- Azmi, M. F. 2010. Transesterifikasi Heterogen antara Minyak Sawit Mentah dengan Metanol Menggunakan Katalis K₂O-CaO [skripsi]. Medan: Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatra Utara
- Bandas, C. dkk. 2014. Photocatalytical Inactivation of Enterococcus Faecalis From Water Using Functional Materials Based on Natural Zeolite and Titanium Dioxide. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. Volume 22: 38-43
- Banon, C. dan Suharto. 2008. Adsorpsi Amoniak oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*, Volume 4: 354-360
- Barrer, R. M. 1982. *Zeolite and Clay Mineral as Sorben and Molecular Sieves*. London: Academic Press
- Borgonovo, C. 2010. *Aluminium Nano-composite for Elevated Temperature Application* [thesis]. Inggris: Worcester Polytechnic Institute
- Botianovi, A. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Malang dari Mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CTaBr (Cetyl trimethyl ammonium bromide) [skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim
- Byrappa, K. dan Yoshima M. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology*. New York: William Andrew Publishing
- Carlson, L. 2004. *Bentonite Mineralogy Part 1: Methods of Investigation – a Literature Review*. Finlandia: Posiva OY

- Corro, G.; Umapada Pal dan Nallely Tellez. 2013. Biodiesel Preproduction from *Jatropha Curcas* Crude Oil Using ZnO/SiO₂ Photocatalyst for Free Fatty Acids Esterification. *Journal Applied Catalysis B: Environmental*. Volume 129: 39-47
- Effendy. 2006. *Teori VSEPR Kepolaran, dan Gaya Antar Molekul Edisi 3*. Malang: Bayumedia Publishing
- Ertan, A. dan Ozkan, 2005. CO₂ and N₂ Adsorption on the Acid (HCl, HNO₃, H₂SO₄, and H₃PO₄) Treated Zeolite. *Adsorption*. Volume 11: 151-156
- Firdaus, L. H.; Adit R. W. dan Widayat. (2013). Pembuatan Katalis H-Zeolit dengan Impregnasi KI/KIO₃ dan Uji Kinerja untuk Produksi Biodiesel. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. Volume 2: 148-154
- Fujishima, A. k. dan Watanabe. 1999. *TiO₂ Photocatalysis Fundamental and Application*. Jepang: Koyo Printing
- Gandjar, I. G. dan Rohman A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Ginting, I.; Hermawan S. dan Encey T. 2005. Pembuatan Perangkat Lunak Analisis Kualitatif Difraksi Sinar-X dengan Metode Hanawalt. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknik Nuklir P3TkN*. Batan: Bandung
- Goswami, A. 2011. An Alternative Eco-Friendly Avenue for Castor Oil Biodiesel: Use of Solid Supported Acidic Salt Catalyst. Dalam Margarita S. *Biodiesel-Feedstocks and Processing Technologies* [Halaman 381-396]. Kroasia: In Tech
- Gounder, R. 2014. Hydrophobic Microporous and Mesoporous Oxides as Bronsted and Lewis Acid Catalysts for Biomass Conversion in Liquid Water. *The Royal Society of Chemistry*. Volume 2: 2877-2886
- Hartomo, A. J.; Purba dan Anny V. 1986. *Penyidikan Spektrometrik Senyawa Organik Edisi keempat*. Jakarta: Erlangga
- Hussain, A. 2000. Penentuan Kapasiti dan Jenis Penyerapan zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. Volume 7 Hal: 69-79
- Intarapong, P. dkk. 2013. Activity and Basic Properties of KOH/Mordenite for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Energy Chemistry*. Volume 22: 690-700
- Kan Fu; Zhong Li; Qibin Xia dan Tongchang Zhong. 2011. Change and mproving of Ammonium Exchange Capacity into Zeolite in Seawater. Di dalam: IPCBEE. *2nd International Conference on Environmental EEngineering and Application*; 2011. Singapore: LACSIT Press. Halaman 226-231

- Ketaren. 1986. *Pengantar Teknologi Minyakdan Lemak Pangan*. UI Press: Jakarta
- Kuncahyo, P.; Fathallah, A.Z.M. dan Semin. 2013. Analisa Prediksi Potensi Bahan Baku Biodiesel sebagai Suplemen Bahan Bakar Motor Diesel di Indonesia. *Jurnal Teknik Pomits*. Volume 2
- Kurniasih, E.; Pardi. 2016. Peningkatan Rasio Katalis H-Zeolit untuk Produksi Biodiesel Berazaskan Crude Palm Oil. Di dalam: *Seminar Nasional Hasil Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat*; Denpasar: 29-30 Agustus 2016. Denpasar: Lembaga Penelitian dan Pemberdayaan Masyarakat (LPPM) UNMAS Denpasar. Halaman 659-664
- Kusuma, Ricky I. dkk. 2013. Natural zeolite from Pacitan Indonesia, as catalyst support for transesterification of palm oil. *Department of Chemical Engineering*. Volume 74: 121-126
- Lestari, Dewi Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Posiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*; Yogyakarta, 30 Oktober 2010. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Licciulli, A. dan Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Lecce: Universitas Degli Studio
- Lopez, D. E.; Goodwin, J. G.; Bruce, D. A. dan Lotero, E. (2005). Transesterification of Triacetin with Methanol on Solid Acid and Base Catalysts. *Appl*. Volume 295: 97-105.
- Madhuvilakku, R. dan Shakkthivel P. 2013. Biodiesel Synthesis by TiO₂-ZnO Mixed Oxide Nanocatalist Catalyzed Palm Oil Transesterification Process. *Bioresource Technology*. Volume 150: 55-59
- Mahardiani, L. 2010. Preparation and Characterization of Ni/Zeolite from Natural Zeolite for Hydrocracking of Modifield Natural Zeolite. Di dalam: *ICCS. The 2th International onference on Chemical Sciences*. 2010.
- Manique M., C.; Aline P., S.; Annelise K. A. dan Carlos P. B. 2015. *Application Of Hydrothermally Produced TiO₂ Nanotubes In Photocatalytic Esterification Of Oleic Acid*. *Department of Materials*. Brazil: Av. Osvaldo Aranha
- Marlupi, I. 2003. Desinfeksi Escherichia coli Melalui Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Bubuk Fase Rutile [skripsi]. Bogor: Jurusan Fisika FMIPA Universitas Institut Pertanian Bogor.
- Massbank. *Mass Spectrum Database*. www.Massbank.jp/jsp/Dispatche. Diakses pada 15 Agustus 2016
- Matthew dan Rawlings. 1994. *Composite Materials*. London: Chapman dan Hall
- Miller, W. S. dkk. 2009. Understanding Ion-Exchange Resins for Water Treatment Systems. GE Water & Process Technologies. Halaman 1-13

- National Institute of Standards and Technology. *Mass Spectrum Database*. Webbook.nist/cgi/cbook.cgi. Diakses 4 September 2016
- Nikazar, M.; Khodayar G. dan Kazem M. 2008. Photocatalytic Degradation of Acid Red 114 in Water with TiO₂ Supported on Clinoptilolite as a Catalyst. *Elsevier*. Volume 219: 293-300
- Noiroj; Krisada; Pisitpong I.; Apanee L. dan Samai Jai-In. 2009. A Comparative Study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production Via Transesterification from Palm Oil. *Science Direct*. Volume 34: 1145–1150
- Nugrahaningtyas, K. dkk. 2011. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Monometal Mo/Usy. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*. Volume 8: 34-46
- Ola dkk. 2013. The Optimum Condition for Synthesis of Biodiesel from Castor (*Ricinus communis*) Oil through Transesterification Reaction. *Journal of Applied Chemical Science*. Volume 2. Issue 2: 267-272
- Othmer dan Krirk. 1995. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Edisi ke-4. New York: J. Wiley
- Pandiangan, K. D. dan Wasinton S. 2013. Transesterification of Coconut Oil Using Dimethyl Carbonate and TiO₂/SiO₂ Heterogeneous Catalyst. *Indo J.Chem*. Volume 13: 47-52
- Permatasari, A.; Wahyu M. dan Ignatius GG. 2013. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Nyamplung (*Calophyllum Inophyllum L.*) dengan Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis K₂O/H-Za Berbasis Zeolit Alam. *Jurnal Teknik Pomits*. Volume 2: 290-295
- Plentz, S. M. dkk. 2006. Biodiesel from Castor Oil: a Comparison of Ethanolysis Versus Methanolysis. *Energy Fuel*. Volume 20: 2262-2265
- Ramli, S.; Sumaiya Zainal A. M. dan Ahmad Fikri H. (2015). Kefahaman Tafsiran Ayat 80 Surah Yassin dan Hubungannya dengan Sains Biodiesel: Satu Pengayaan. *Al Qimah Al Mudhafah the Journal of Management and Science*. Volume 1: 1-8
- Ramos, M. J.; Casas A.; Rodriguez L.; Romero R. dan Perez A. 2008. Transesterification of Sunflower Oil Over Zeolites using Different Metal Loading: A Case of Leaching and Agglomeration Studies. *Applied Catalysis*, Volume 346: 79-85
- Rianto, L. B.; Amalia S. dan Khalifah S. N. 2012. Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit. *Alchemy*. Volume 2: 58-67
- Roop, Richard C. 2003. *Solid State Chemistry*. USA: Elsevier Science B. V.
- Rouvina, R. 2014. Material Komposit TiO₂/Zeolit Alam Variasi Komposisi Anatas dan Rutil Sebagai Fotokatalis pada Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah

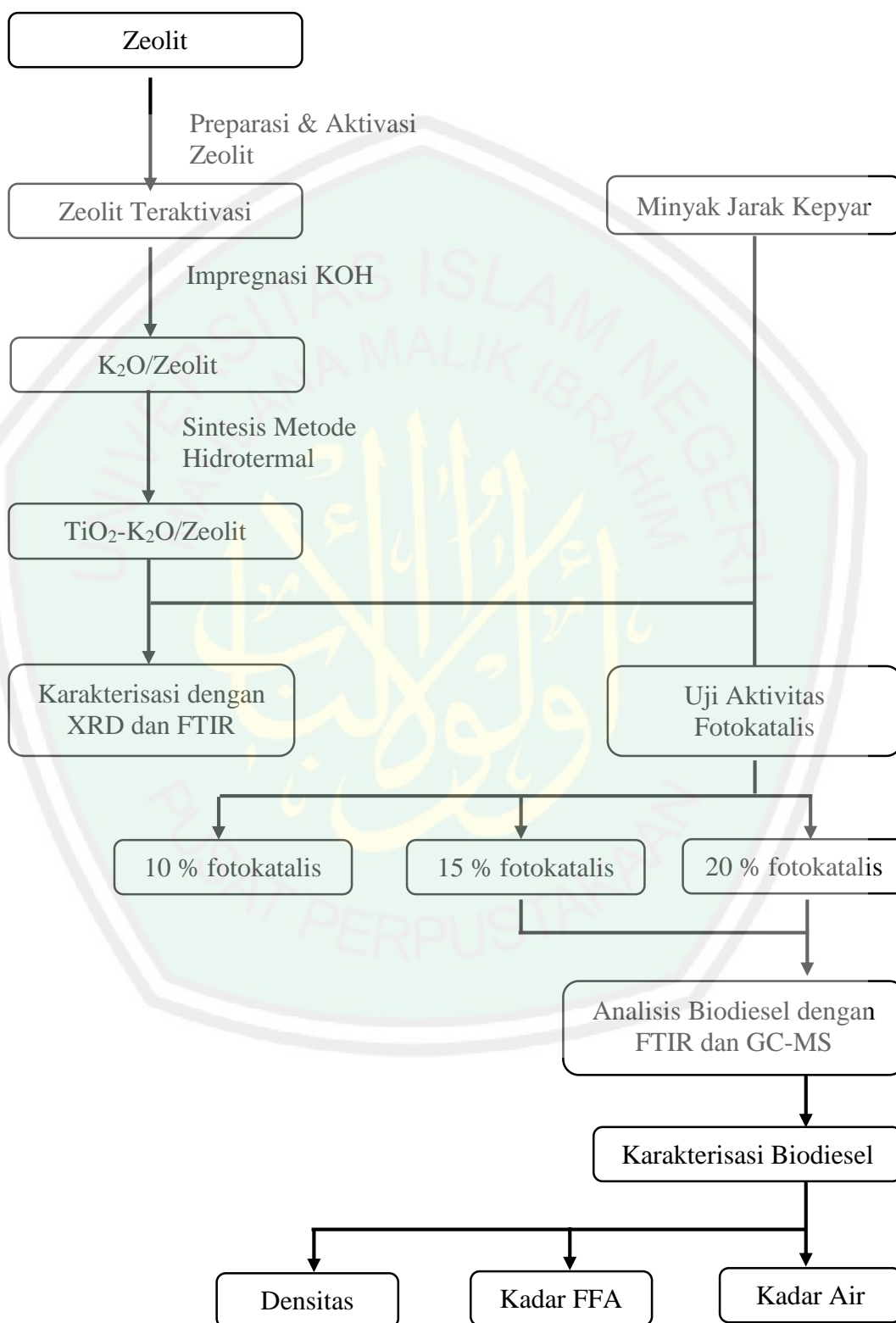
[skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

- Rustamaji, H.; Arief Budiman dan Hary Sulisty, 2010. Alkoholisis Minyak Jarak Pagar Dengan Katalisator Asam Padat. Di dalam: *Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses*. ISSN: 1411-4216
- Salimon, J.; Dina A. M. Noor; A. T. Nazrizawati; M. Y. Mohd Firdaus dan A. Noraishah. 2010. Fatty Acid Composition and Physicochemical of Malaysian Castor Bean *Ricinus communis* L. Seed Oil. *Journal Sains Malaysiana*. Volume 39: 761-764
- Salinas, D.; Paulo A. dan Siche G. 2012. Study of Potassium-supported TiO₂ Catalysts for the Production of Biodiesel. *Applied Catalysis Environmental*. Volume 117: 260-267
- Saribiyik, O. Y.; Mustafa O.; Hasan S.; Selahattin S. dan Kadir A. 2010. Biodiesel Production from *Ricinus Communis* Oil and Its Blends with Soybean Biodiesel. *Journal of Mechanical Engineering*. Volume 12: 881-816
- Scanlon, D. O. 2013. Band Alignment of Rutile and Anatase TiO₂. *Nature Material*. Volume 12: 30-38
- Setyadji, Moch.; Mashudi dan Endang S. 2003. Studi Pembuatan Minyak Biodiesel dari Biji Jarak. Di dalam: Puslitbang Teknologi Maju Batan, Yogyakarta. Halaman 0216-3128
- Socrates, G. 1994. *Infrared Characteristic Group Frequencies Edisi 2*. London: University West London.
- Soetaredjo, F.E.; Ayucitra A.; Ismadji S. dan Maukar A. L. 2011. KOH/Bentonit Catalysis for Transesterification of Palm Oil to Biodiesel. *Applied Clay Science*. Volume 53: 341-346
- Standar Nasional Indonesia [SNI]. 2006. SNI-04-7182-2006 Tentang Standar Biodiesel. Jakarta: SNI
- Sudradjat, R. dan D. Setiawan. 2003. Teknologi Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Jarak Pagar. Di dalam *Laporan Hasil Penelitian. Pusat Litbang eknologi Hasil Hutan*. Bogor
- Suiva, K. A. 2014. Esterifikasi Minyak Goreng Bekas Menggunakan Fotokatalis Komposit TiO₂-Zeolit Alam Teraktivasi [skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- Susilowati. 2006. Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk dengan Katalis Zeolit. *Jurnal Teknik Kimia*. Volume 1: 10-14.

- Swanson, H. E. dkk. 1972. *Standard X-ray Diffraction Powder Patterns Section 10-Data for 84 Substances*. Washington: Institute for Materials Research National Bureau of Standards.
- Utomo, A. S. 2011. Preparasi NaOH/Zeolit Sebagai Katalis Heterogen untuk Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Secara Transesterifikasi [skripsi]. Depok: Fakultas Teknik Progam Studi Teknik Kimia Universitas Indonesia
- Utubira, Y.; Karna Wijaya; Triyono dan Eko S. 2006. Preparation and Characterization of TiO₂-Zeolite and Its Application to Degrade Textille Wastewater by Photocatalytic Method. *Indo J. Chem.* Volume 6: 231-237
- Vyas, Amis P.; Jaswant L. V. dan Nandula S. 2011. Effects of Molar Ratio, Alkali Catalist Concentration and Temperature on Transesterification of Jatropa Oil with Methanol under Ultrasonic Irradiation. *Advances in ChemicalEngineering and Science*. Volume 1: 45-50
- West, A. R. 1999. *Basic Solid State Chemistry*. Chichester: John Wiley & Sons
- Widyanti, M.; Emmanuela dan Kasdadi J. 2002. Aplikasi Metode Mike Pelly dan Foolproof. *Katalis Heterogen dalam Pembuatan Biodiesel*. Volume 1: 3-6.
- Widyastuti, L. 2007. Reaksi Metanolisis Minyak Biji Jarak Pagar Menjadi Metil Ester Sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel dengan Menggunakan Katalis KOH [skripsi]. Semarang: Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang
- Williams, D. H. dan Ian Fleming. 2008. *Metode Spektroskopi dalam Kimia Organil Edisi keenam*. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran
- Windriani, 2008. Studi Pengaruh Konsentrasi Zn (III) pada Preparasi katalis Zeolit-ZnO Terhadap Oksidasi Fenol [skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya
- Witanto, E.; Wega T. dan Triyono. 2010. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam Aktif. Di dalam: *Jurnal Seminar Nasional VI*. 2010. Yogyakarta: SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta
- Xie, W. dan Huang X. 2006. Soybean oil Methyl Esters Preparation Using NaX Zeolites Loadedwith KOH. *Journal School of Chemistry and Chemical Engineering*. Volume 5: 936-939

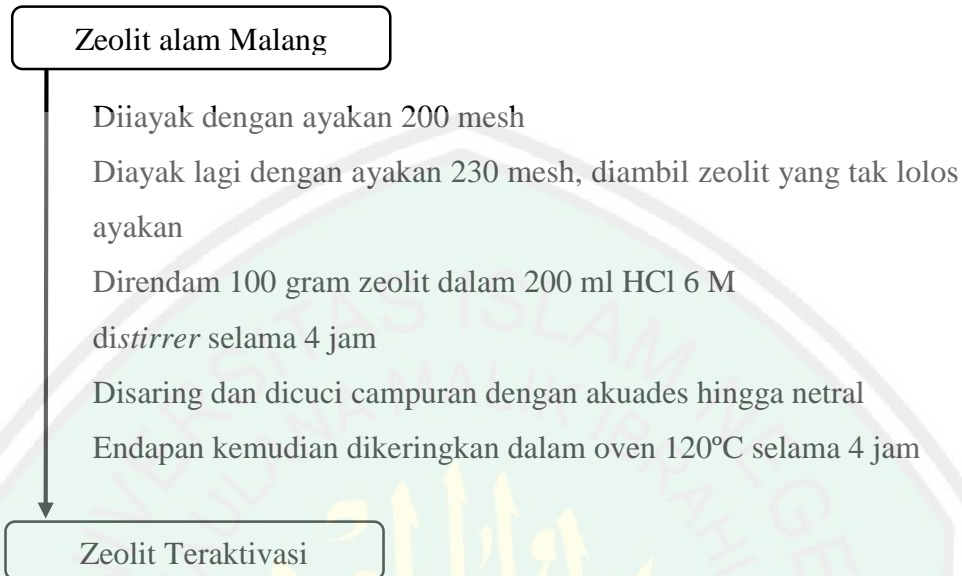
LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema Kerja

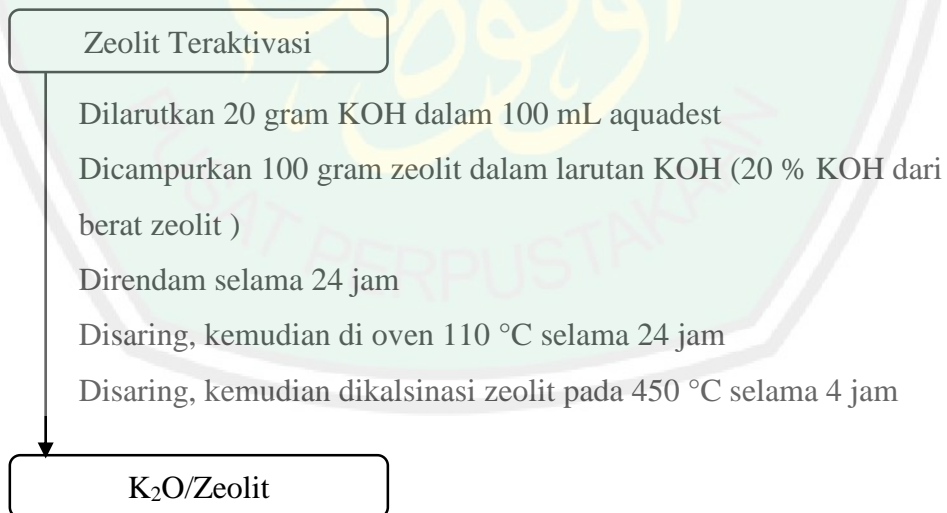


Lampiran 2. Diagram Alir

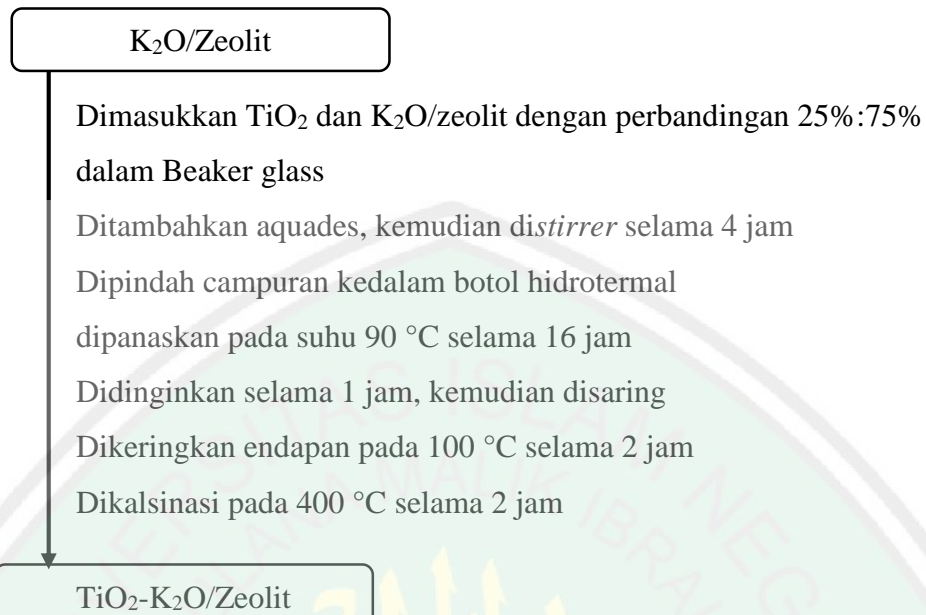
2.1. Preparasi dan Aktivasi Zeolit



2.2. Impregnasi KOH pada Zeolit



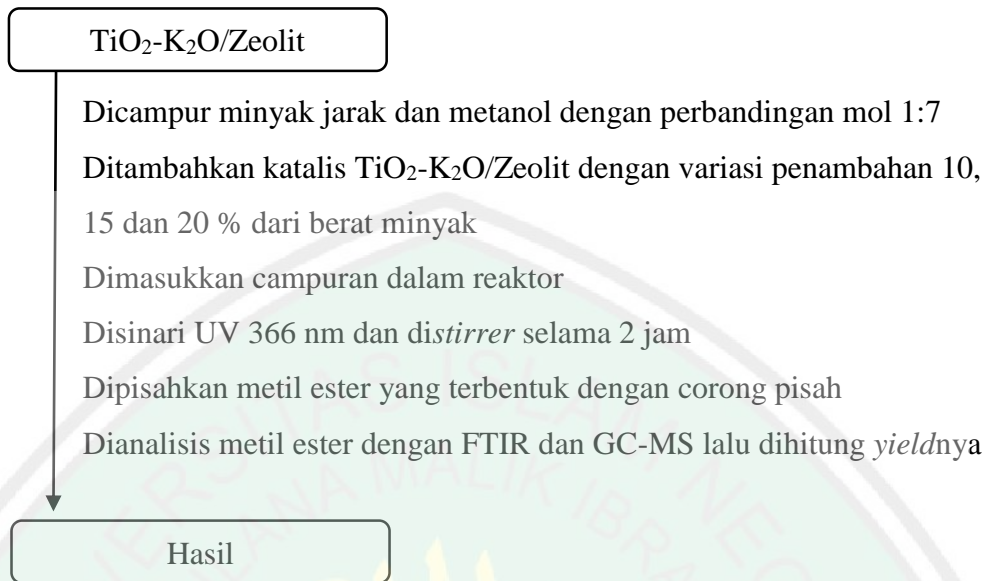
2.3. Sintesis Komposit Fotokatalis TiO₂-K₂O/Zeolit



2.4. Karakterisasi Komposit TiO₂-K₂O/Zeolit dengan X-Ray Diffraction

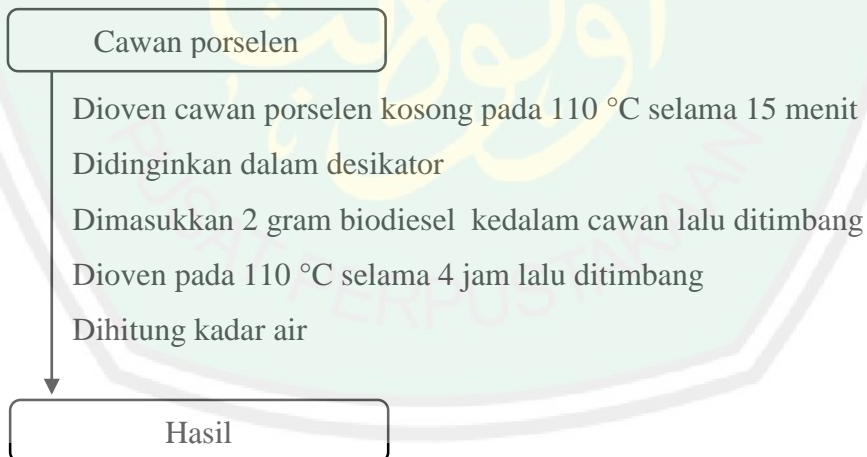


2.5. Uji Pengaruh Variasi Penambahan Komposit $\text{TiO}_2\text{-K}_2\text{O}$ /Zeolit

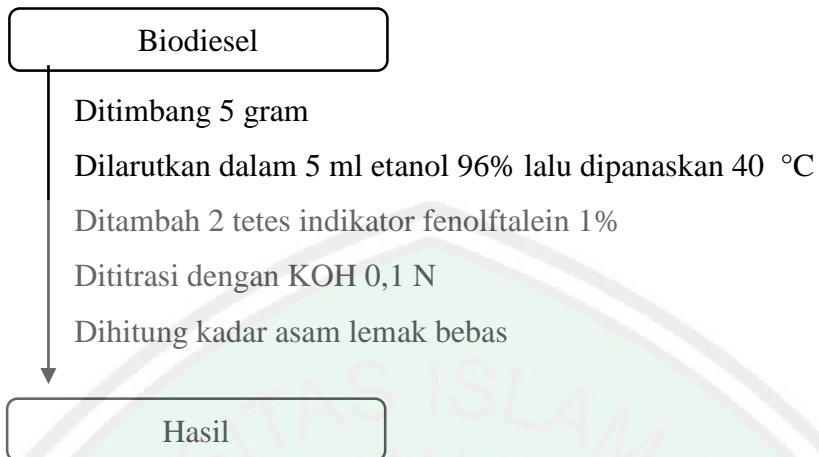


2.6. Analisis Biodiesel Hasil Konversi Minyak Jarak

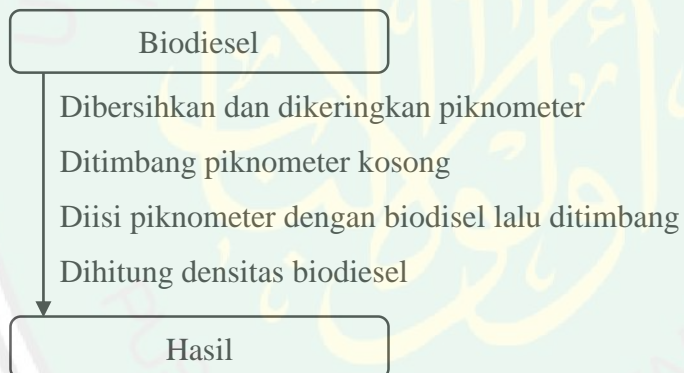
2.6.1. Analisis Kadar Air



2.6.2. Analisis Asam Lemak Bebas



2.6.3. Analisis Penentuan Densitas



Lampiran 3: Perhitungan

3.1 Sintesis Komposit Fotokatalis TiO₂anatasa-K₂O/Zeolit

Perbandingan TiO₂ dengan K₂O/zeolit (25 : 75 %)

$$\text{Berat TiO}_2 = 25 \% \times \text{berat total fotokatalis}$$

$$= 25 \% \times 100 \text{ gram}$$

$$= 25 \text{ gram}$$

$$\text{Berat K}_2\text{O/zeolit} = 75 \% \times \text{berat total fotokatalis}$$

$$= 75 \% \times 100 \text{ gram}$$

$$= 75 \text{ gram}$$

25 gram TiO₂ dicampur 75 gram K₂O/zeolit, kemudian ditambah akuades dengan perbandingan 1:2 (gram:mL).

$$\text{Volume akuades} = 2/1 \times 100$$

$$= 200 \text{ mL}$$

Distirrer selama 4 jam. Selanjutnya dimasukkan botol hidrotermal pada 90°C selama 16 jam.

3.2 Proses Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

Perbandingan mol minyak dengan metanol 1:7

$$\text{Massa minyak} = 100 \text{ gram}$$

$$\text{Mol minyak} = \frac{\text{massa minyak}}{\text{BM minyak}}$$

$$= \frac{100 \text{ gram}}{928,30 \text{ gram/mol}}$$

$$= 0,108 \text{ mol}$$

$$\text{Mol metanol} = 7/1 \times \text{mol minyak}$$

$$= 7/1 \times 0,108 \text{ mol}$$

$$= 0,756 \text{ mol}$$

$$\text{Massa metanol} = \text{BM metanol} \times \text{mol metanol}$$

$$= 32 \text{ g/mol} \times 0,756 \text{ mol}$$

$$= 24,19 \text{ gram}$$

$$\text{Volume metanol} = \frac{\text{massa metanol}}{\rho \text{ metanol}}$$

$$= \frac{24,19 \text{ gram}}{0,7918 \text{ g/mL}} = 30,55 \text{ mL}$$

Dicampurkan 100 gram minyak dan 30,55 mL metanol, kemudian ditambah fotokatalis dengan variasi penambahan 10, 15 dan 20 %.

Adapun berat katalis (gram) dalam 100 gram minyak adalah sebagai berikut:

- a. Perbandingan berat fotokatalis dengan minyak (10 : 90 %)

$$\begin{aligned} \text{Berat fotokatalis TiO}_2\text{anatas-K}_2\text{O/zeolit} &= 10 \% \times \text{berat minyak jarak} \\ &= 10 \% \times 100 \text{ gram} \\ &= 10 \text{ gram} \end{aligned}$$

- b. Perbandingan berat fotokatalis dengan minyak (15 : 85 %)

$$\begin{aligned} \text{Berat fotokatalis TiO}_2\text{anatas-K}_2\text{O/zeolit} &= 15 \% \times \text{berat minyak jarak} \\ &= 15 \% \times 100 \text{ gram} \\ &= 15 \text{ gram} \end{aligned}$$

- c. Perbandingan berat fotokatalis dengan minyak (20 : 80 %)

$$\begin{aligned} \text{Berat fotokatalis TiO}_2\text{anatas-K}_2\text{O/zeolit} &= 20 \% \times \text{berat minyak jarak} \\ &= 20 \% \times 100 \text{ gram} \\ &= 20 \text{ gram} \end{aligned}$$

3.3 Analisis Asam Lemak Bebas Biodiesel

- a. Pembuatan Larutan Standar Asam Oksalat 0,1 M

$$M = \frac{\text{gram}}{mr} \times \frac{1000}{v}$$

$$0,1 = \frac{\text{gram}}{90 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$\text{gram} = \frac{0,1 \text{ M} \times 90 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 100 \text{ ml}}{1000}$$

$$\text{gram} = 0,9 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 0,9 gram asam oksalat, kemudian dilarutkan dengan akuades.

Dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, ditandabatkan dan dihomogenkan.

- b. Pembuatan Larutan KOH 0,1 N

$$M = \frac{\text{gram}}{mr} \times \frac{1000}{v}$$

$$0,1 = \frac{\text{gram}}{56 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$\text{gram} = \frac{0,1 \text{ M} \times 56 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 100 \text{ ml}}{1000}$$

$$\text{gram} = 0,56 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 0,56 gram KOH, kemudian dilarutkan dengan akuades. Dimasukkan

kedalam labu ukur 100 mL, ditandabatkan dan dihomogenkan.

- c. Standarisasi larutan KOH 0,1 N

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

Keterangan:

V_1 = Volume titrasi KOH (mL)

V_2 = Volume $H_2C_2O_4$ (mL)

N_1 = Normalitas KOH

N_2 = Normalitas $H_2C_2O_4$

Cara standarisasi:

Dipipet 5 mL larutan asam oksalat 0,1 N, dimasukkan dalam Erlenmeyer.

Kemudian ditambah indikator phenolphthalein 1%. Dititrasi dengan KOH

sampai berwarna pink, dicatat volume KOH yang digunakan. N KOH hasil

standarisasi digunakan untuk menentukan kadar FFA dalam biodiesel

3.4 Analisis Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi

a. Analisis Kadar Air

$$\% \text{ Kadar air (10\%)} = \frac{52,262 \text{ gr} - 52,215 \text{ gr}}{2 \text{ gr}} \times 100 \% = 2,35 \%$$

$$\% \text{ Kadar air (15\%)} = \frac{53,572 \text{ gr} - 53,516 \text{ gr}}{2 \text{ gr}} \times 100 \% = 2,80 \%$$

$$\% \text{ Kadar air (20\%)} = \frac{57,461 \text{ gr} - 57,411 \text{ gr}}{2 \text{ gr}} \times 100 \% = 2,50 \%$$

b. Analisis Asam Lemak Bebas

$$N \text{ KOH} = \frac{5 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N}}{17,3 \text{ ml}} = 0,02 \text{ N}$$

$$\% \text{ FFA (10\%)} = \frac{0,7 \text{ ml} \times 0,02 \text{ N} \times 298}{5 \text{ gr} \times 1000} \times 100 \% = 0,083 \%$$

$$\% \text{ FFA (15\%)} = \frac{1 \text{ ml} \times 0,02 \text{ N} \times 298}{5 \text{ gr} \times 1000} \times 100 \% = 0,107 \%$$

$$\% \text{ FFA (20\%)} = \frac{0,8 \text{ ml} \times 0,02 \text{ N} \times 298}{5 \text{ gr} \times 1000} \times 100 \% = 0,095 \%$$

c. Analisis Penentuan Densitas

$$\rho (10 \%) = \frac{46,477 \text{ gr} - 22,969 \text{ gr}}{25 \text{ ml}} = 0,940 \text{ g/ml}$$

$$\rho (15 \%) = \frac{46,491 \text{ gr} - 23,022 \text{ gr}}{25 \text{ ml}} = 0,939 \text{ g/ml}$$

$$\rho (20 \%) = \frac{46,173 \text{ gr} - 22,925 \text{ gr}}{25 \text{ ml}} = 0,929 \text{ g/ml}$$

3.5 Penentuan Total Kadar Metil Ester

$$\% \text{ metil ester} = \frac{\text{Luas Area}}{\text{Total luas area}} \times 100 \%$$

a. Penambahan 10% fotokatalis

$$\% \text{ metil risinoleat} = \frac{113697}{113697} \times 100 \% = 100\%$$

b. Penambahan 15% fotokatalis

$$\% \text{ metil palmitat} = \frac{99516}{3506421} \times 100 \% = 2,84\%$$

$$\% \text{ asam linoleat} = \frac{504574}{3506421} \times 100 \% = 14,39\%$$

$$\% \text{ metil linoleat} = \frac{279398}{3506421} \times 100 \% = 7,97\%$$

$$\% \text{ metil oleat} = \frac{108986}{3506421} \times 100 \% = 3,11\%$$

$$\% \text{ metil stearat} = \frac{60062}{3506421} \times 100 \% = 1,71\%$$

$$\% \text{ metil ricinoleat} = \frac{2453885}{3506421} \times 100 \% = 69,98\%$$

c. Penambahan 20% fotokatalis

$$\% \text{ metil linoleat} = \frac{138309}{288638} \times 100 \% = 47,92\%$$

$$\% \text{ metil ricinoleat} = \frac{150329}{288638} \times 100 \% = 52,08\%$$

3.6 Penentuan *Yield* Biodiesel Hasil Reaksi Transesterifikasi

$$\text{Berat biodiesel (gr)} = \text{Rendamen (gr)} - \text{kadar air (gr)}^*$$

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{Berat biodiesel (gr)} \times \text{Total metil ester \%}}{\text{Berat minyak (gr)}} \times 100 \%$$

Keterangan: * Konversi % kadar air hasil analisis menjadi gram

a. Penambahan 10% fotokatalis

$$\text{Berat biodiesel (gr)} = 61,032 \text{ gr} - \frac{2,35}{100} \times 61,032 \text{ gr} = 59,602 \text{ gr}$$

$$\text{Yield (10 \%)} = \frac{59,602 \text{ gr} \times 100 \%}{100 \text{ gr}} \times 100 \% = 59,602 \%$$

b. Penambahan 15% fotokatalis

$$\text{Berat biodiesel (gr)} = 79,884 \text{ gr} - \frac{2,80}{100} \times 79,884 \text{ gr} = 77,654 \text{ gr}$$

$$\text{Yield (15 \%)} = \frac{77,654 \text{ gr} \times 85,61 \%}{100 \text{ gr}} \times 100 \% = 66,479 \%$$

c. Penambahan 20% fotokatalis

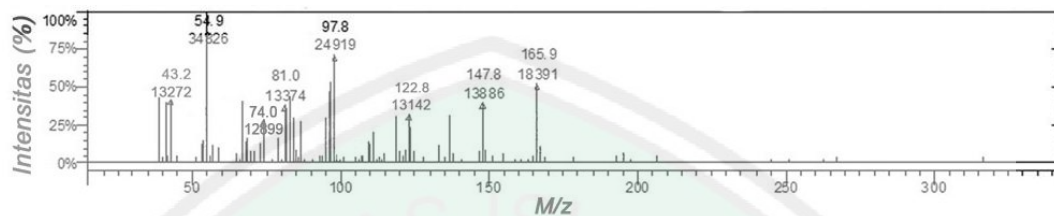
$$\text{Berat biodiesel (gr)} = 65,388 \text{ gr} - \frac{2,50}{100} \times 65,388 \text{ gr} = 63,708 \text{ gr}$$

$$\text{Yield (20 \%)} = \frac{63,708 \text{ gr} \times 100 \%}{100 \text{ gr}} \times 100 \% = 63,708 \%$$

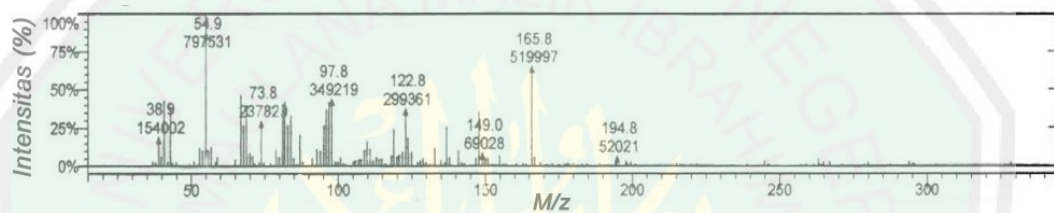
Lampiran 4: Pola Fragmentasi

Pola Fragmentasi metil risinoleat

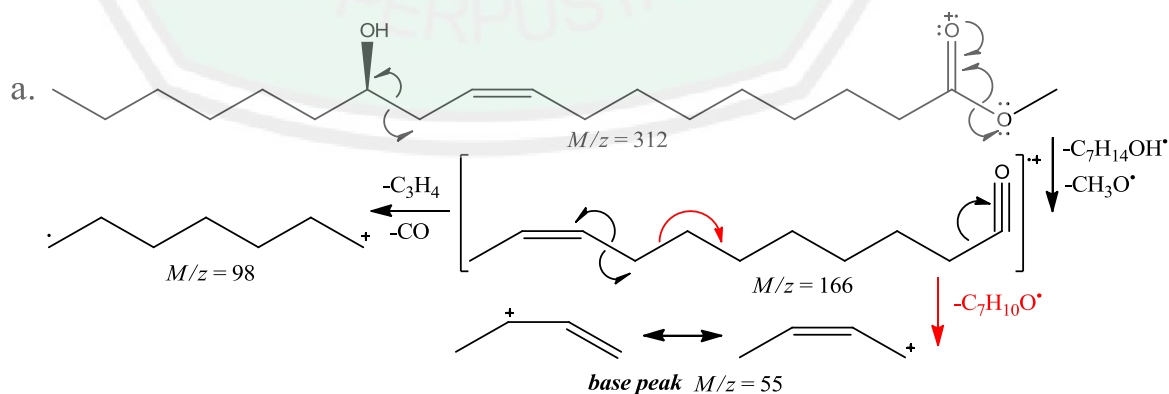
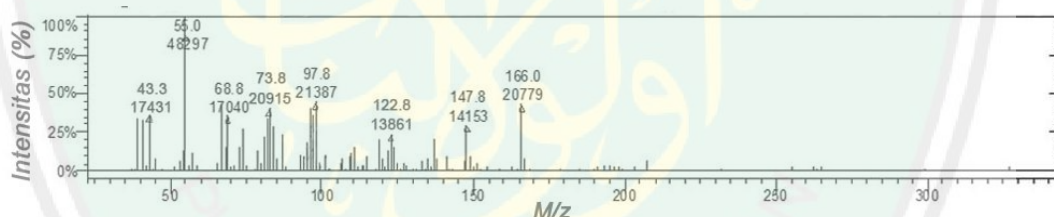
Spektra massa senyawa pada tR 26,612 (Variasi penambahan 10% fotokatalis)

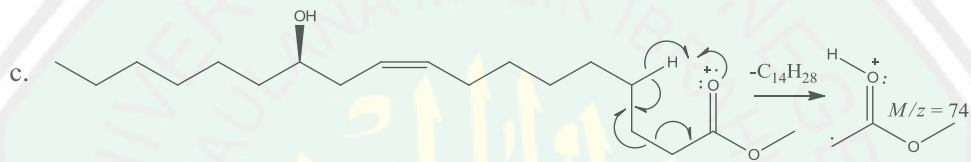
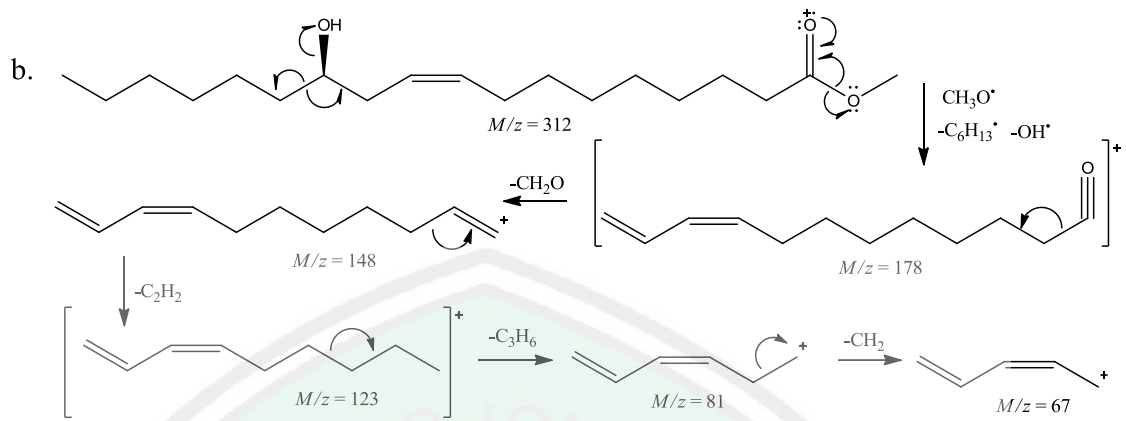


Spektra massa senyawa pada tR 26,616 (Variasi penambahan 15% fotokatalis)

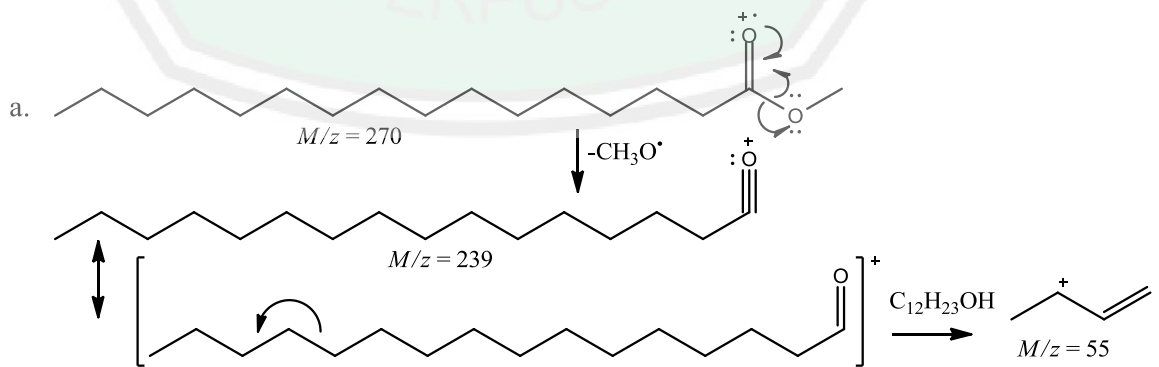
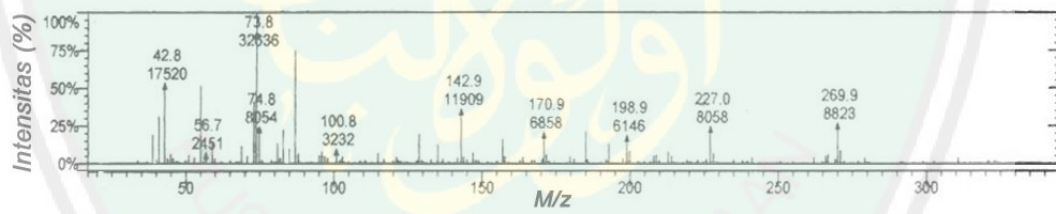


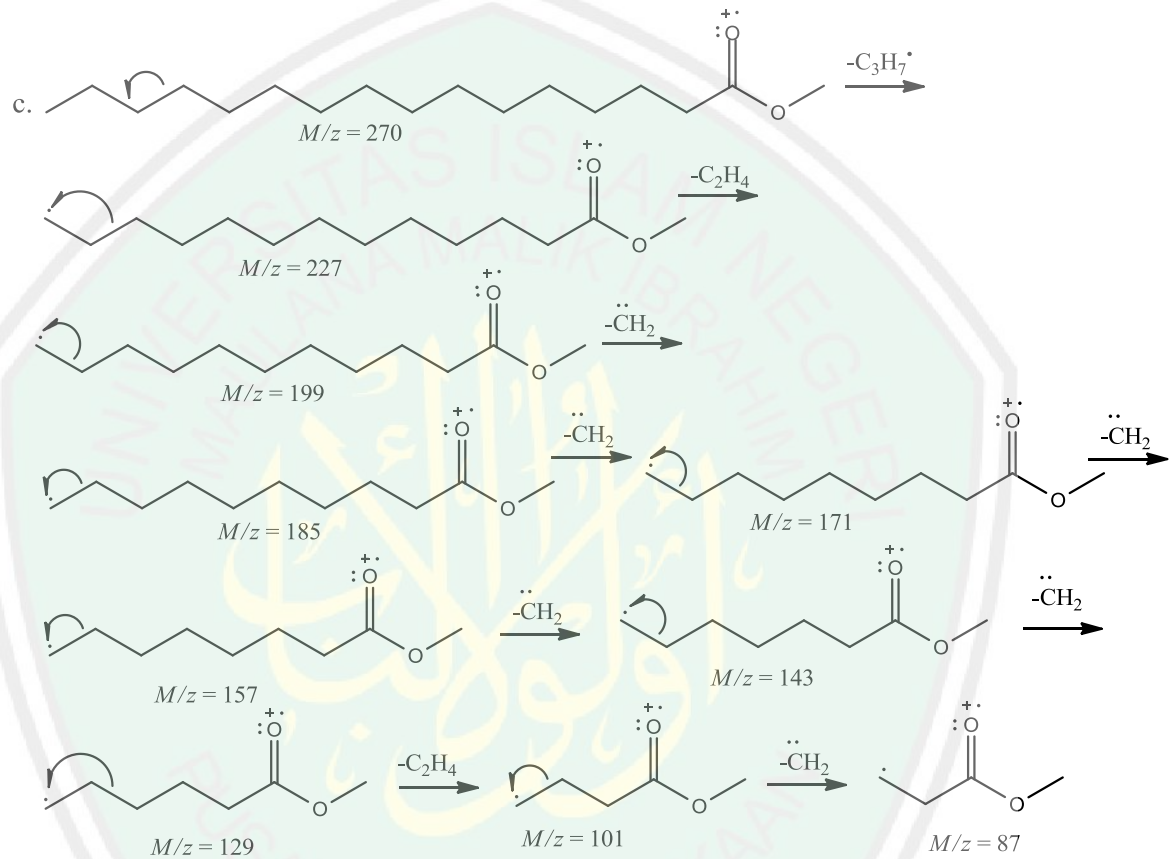
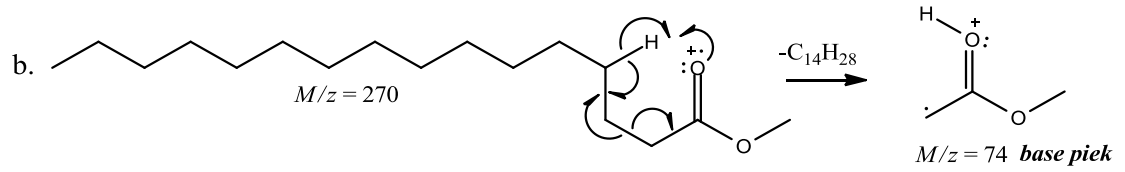
Spektra massa senyawa pada tR 26,600 (Variasi penambahan 20% fotokatalis)



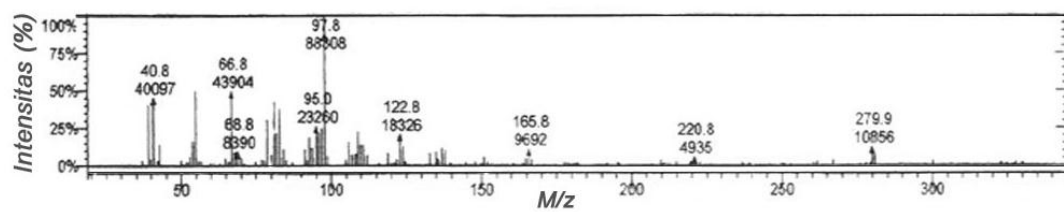


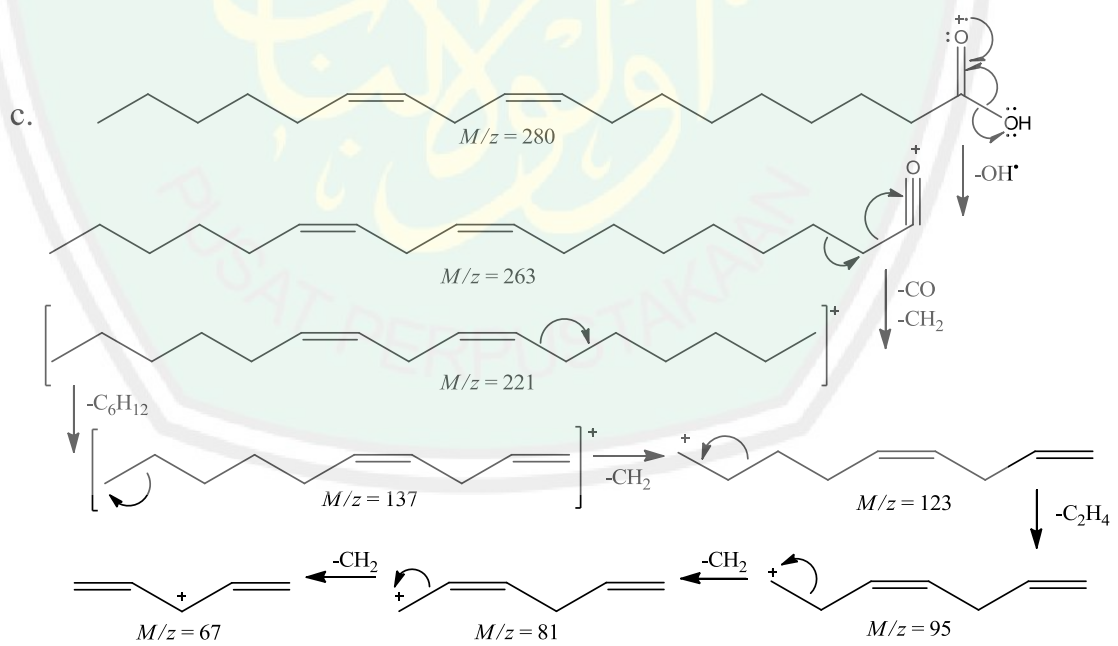
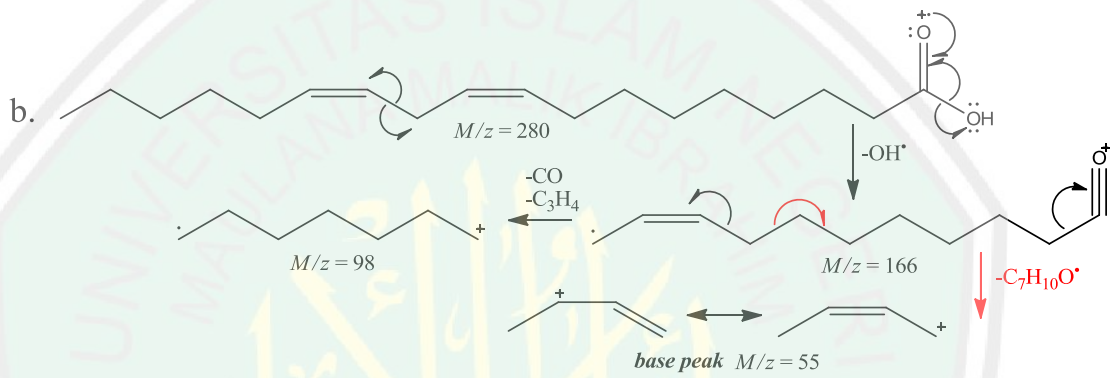
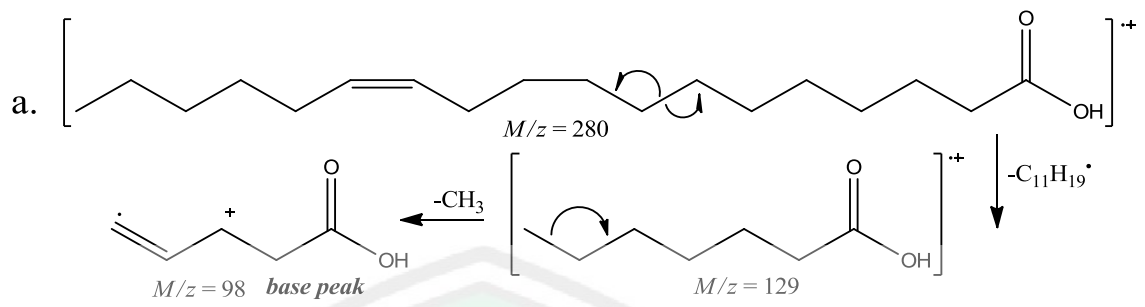
Pola Fragmentasi metil palmitat





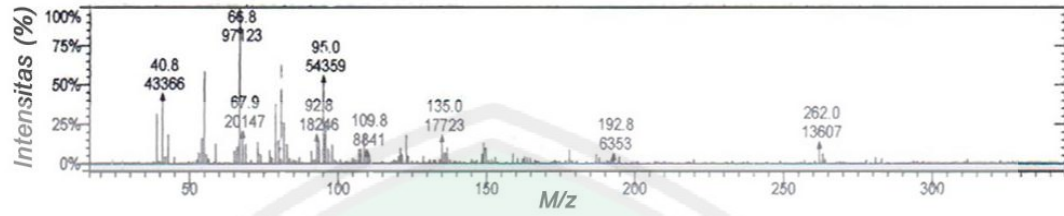
Pola Fragmentasi Asam Linoleat



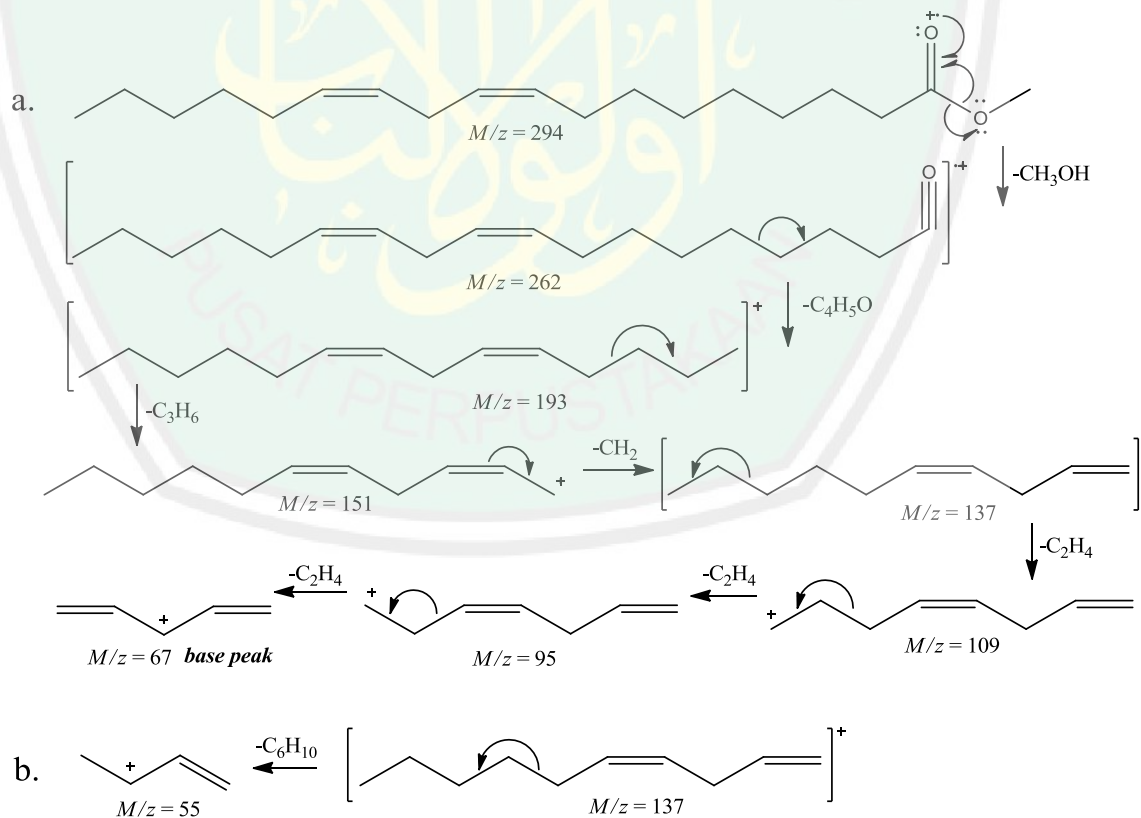
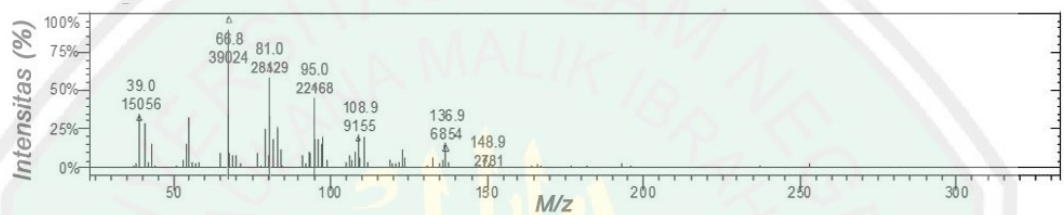


Pola Fragmentasi Metil Linoleat

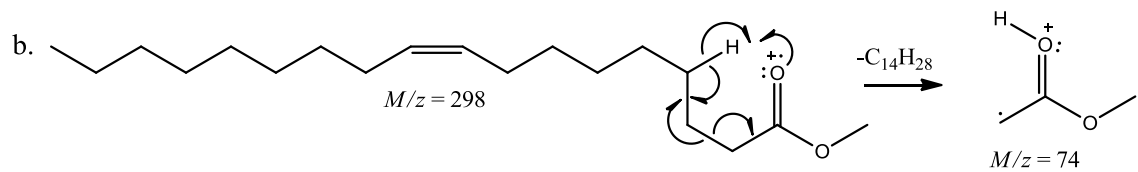
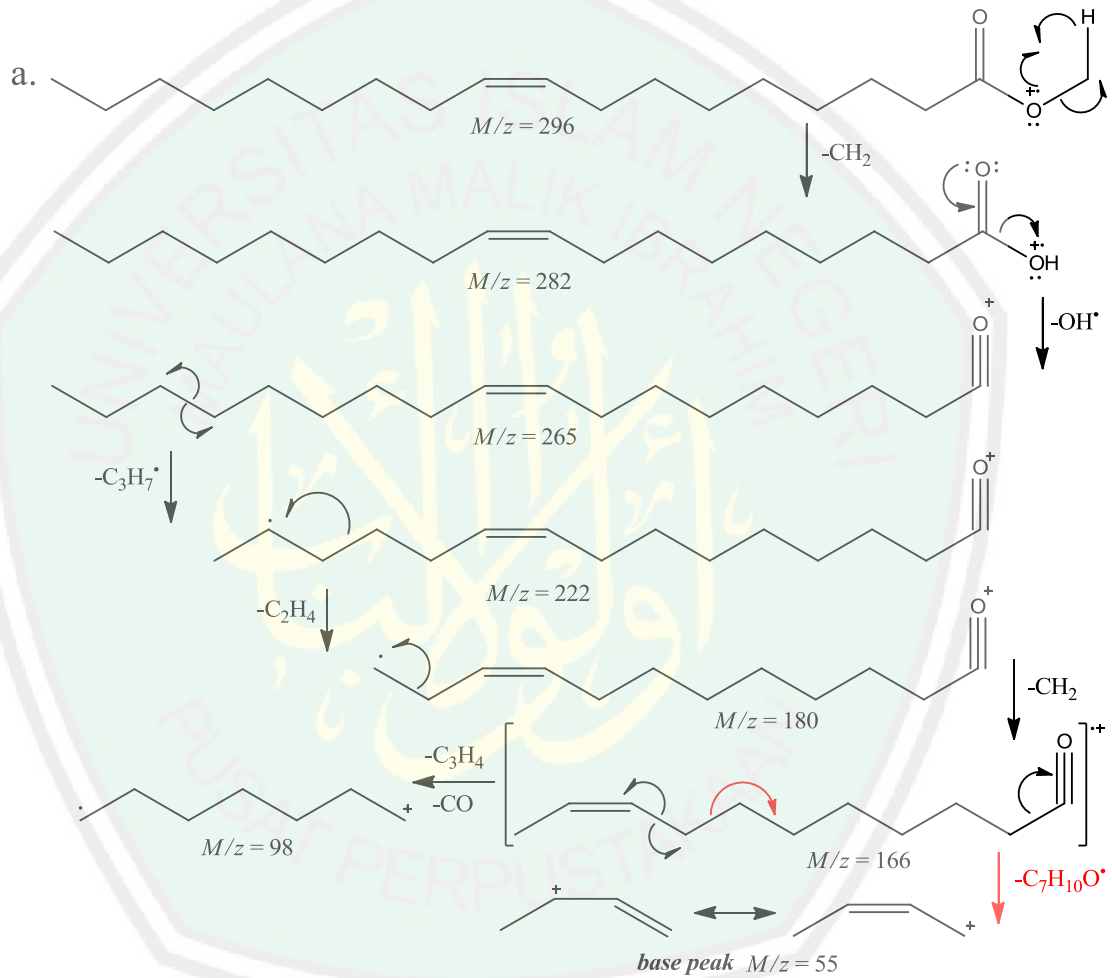
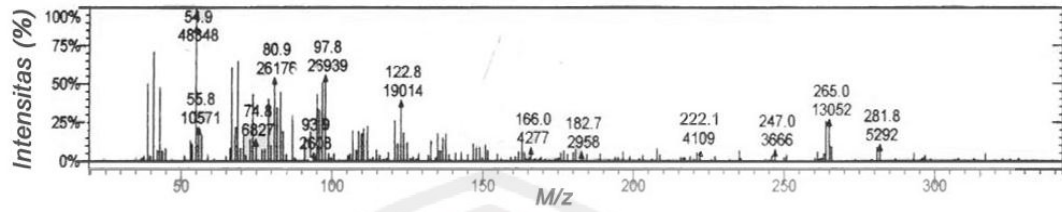
Spektra massa senyawa pada tR 22,869 (Variasi penambahan 15% fotokatalis)

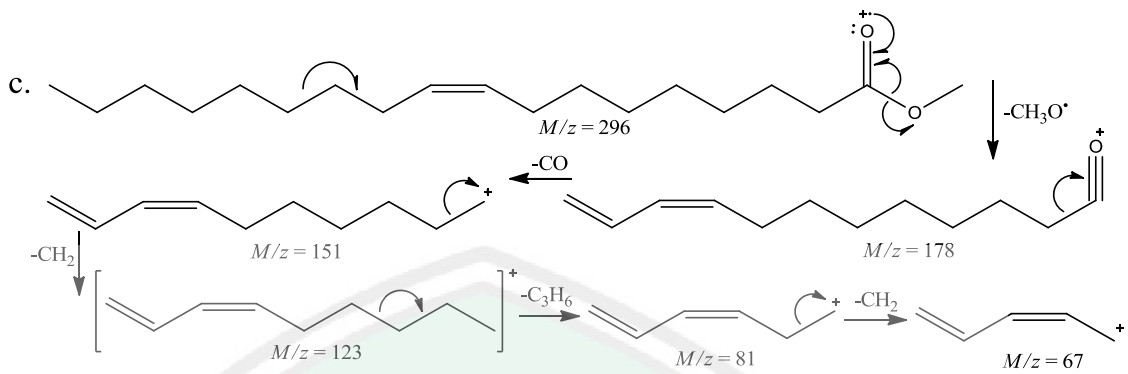


Spektra massa senyawa pada tR 22,331 (Variasi penambahan 20% fotokatalis)

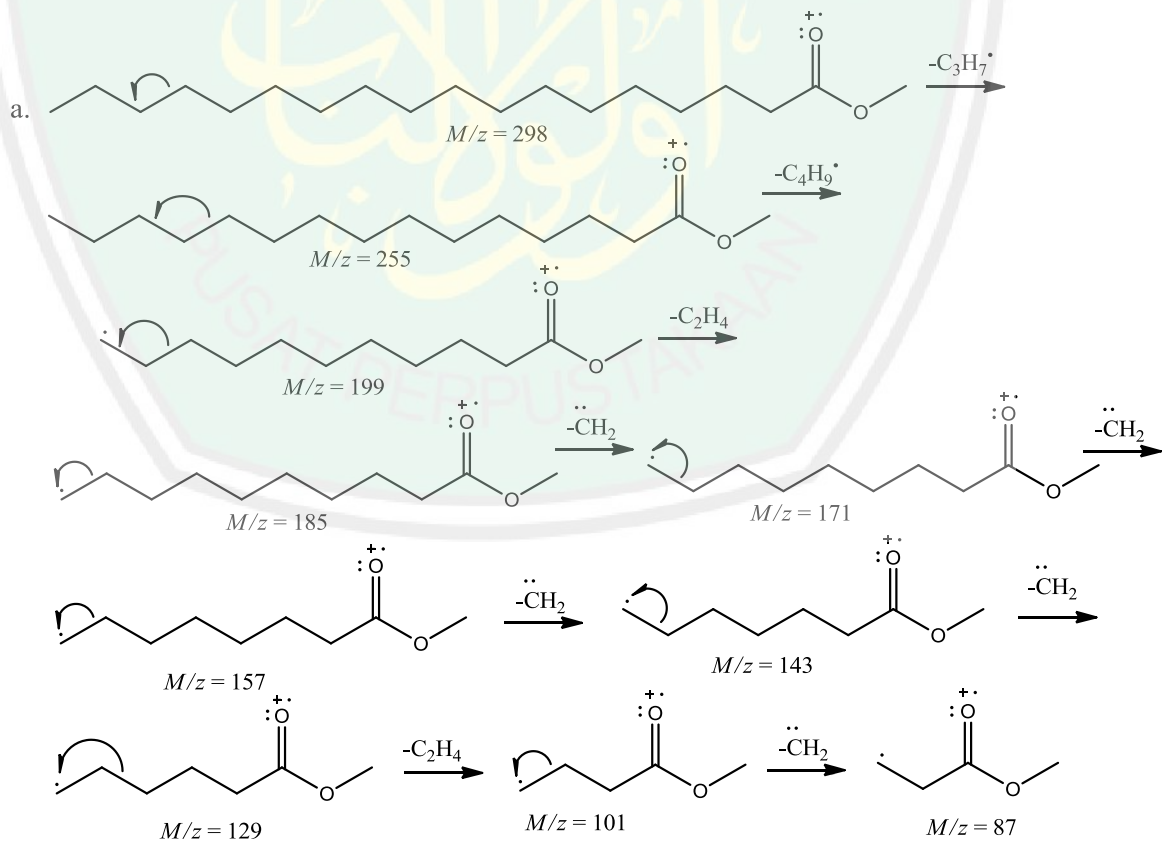
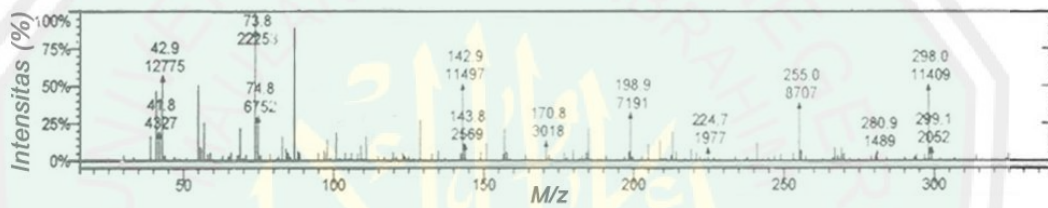


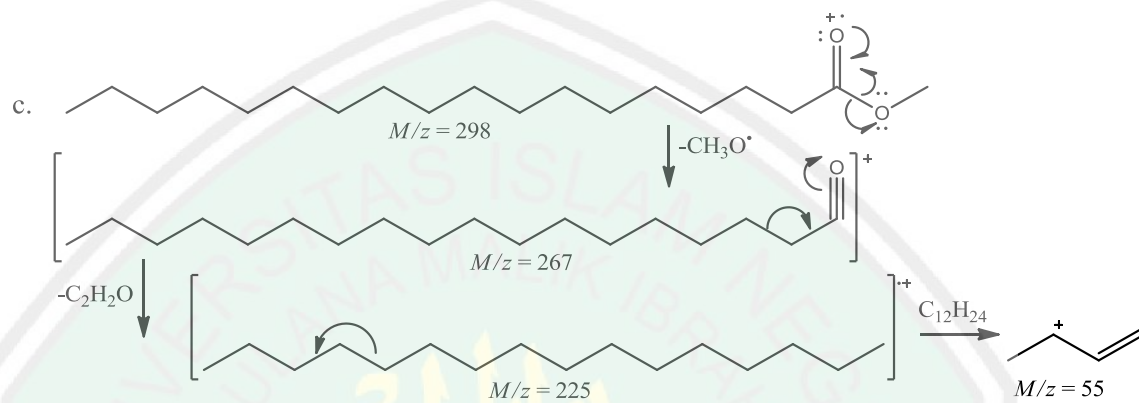
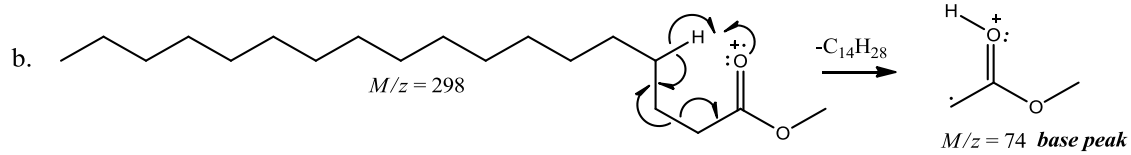
Pola Fragmentasi Metil Oleat



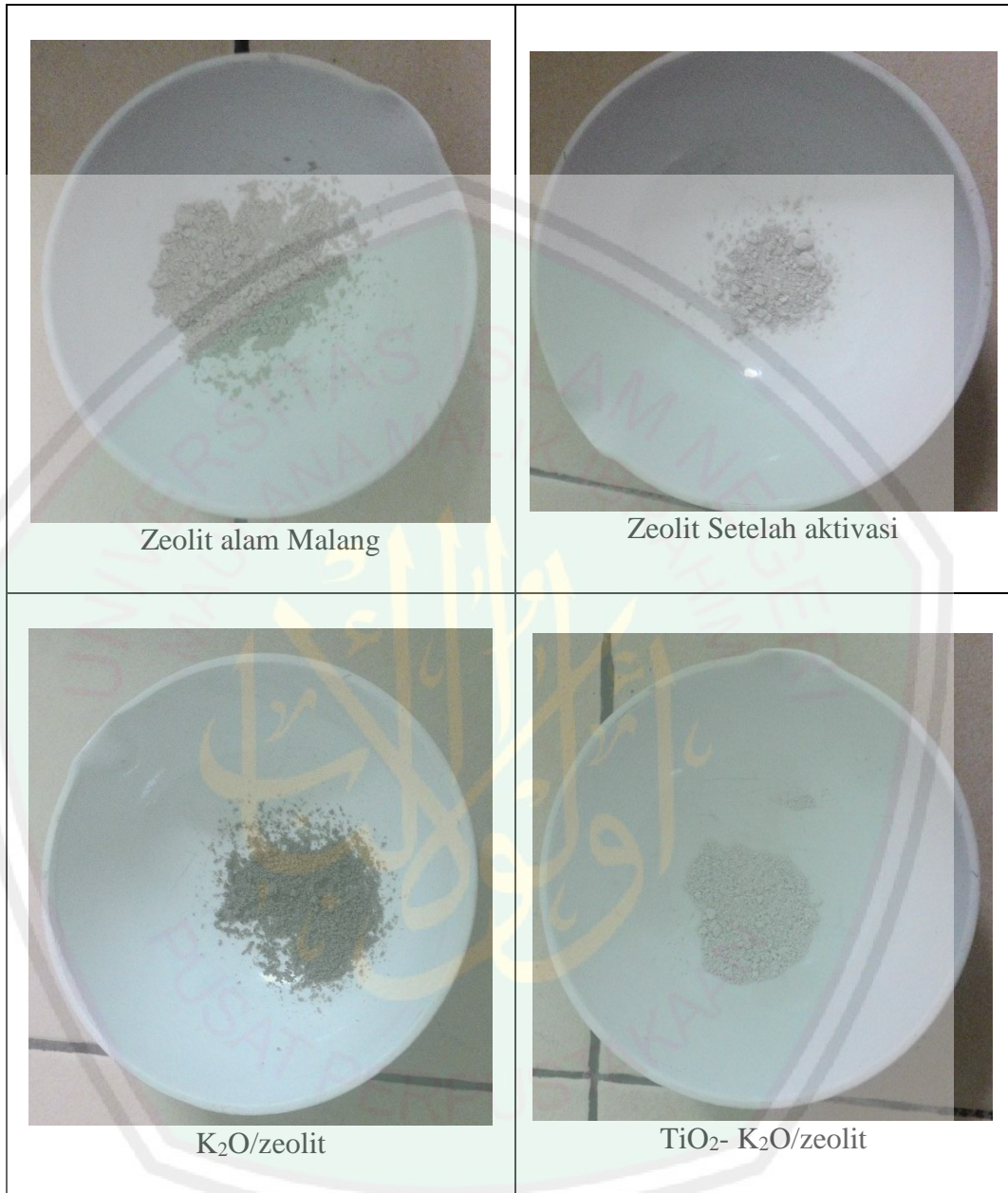


Pola Fragmentasi Metil Stearat





Lampiran 5: Dokumentasi





Kristal TiO_2 anatas



Biodiesel (10 %)



Biodiesel (15 %)



Biodiesel (20 %)

*Lampiran 6: Data XRD Komposit***Anchor Scan Parameters**

Dataset Name: K₂O/Zeolit
 File name: E:\X'Pert Data\2016\NON UM\UIN\YEYEN
 uin\060916\Zeolit.xrdml

Sample Identification: Zeolit
 Comment: Configuration=Stage Flat Samples, Owner=User-1, Creation
 date=9/15/2009 2:20:30 PM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size
 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=PW3071/xx Bracket
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=5-65 35 MIN, Owner=User-1,
 Creation date=9/6/2016 3:19:01 PM
 0.02/0.7

Measurement Date / Time: 9/7/2016 2:22:19 PM
 Operator: State Univ of Malang
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 5.0100
 End Position [°2Th.]: 64.9900
 Step Size [°2Th.]: 0.0200
 Scan Step Time [s]: 0.7000
 Scan Type: Continuous
 Offset [°2Th.]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.9570
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Receiving Slit Size [mm]: 0.1000
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 35 mA, 40 kV
 Diffractometer Type: 0000000011063758
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 91.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: No

Document History

Default properties:

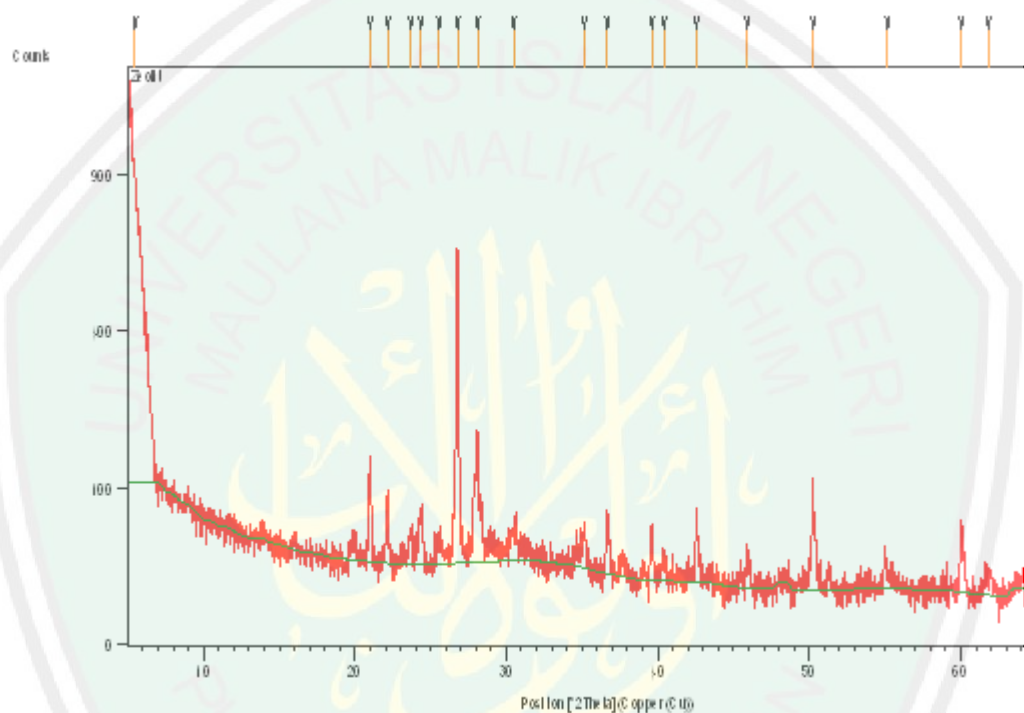
- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Dist. focus to div. slit = "91.00000"
- Irradiated length = "10.00000"
- Spinner used = "No"
- Linear detector mode = "None"
- Length linear detector = "2"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "9/7/2016 3:02:44 PM"

- Modification editor = "State Univ of Malang"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2.00"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1.00"
- Peak base width = "2.00"
- Method = "Top of smoothed peak"
- Modification time = "8/3/2016 3:39:27 PM"
- Modification editor = "State Univ of Malang"

Graphics



Peak List

Pos. [°2 θ .]	Height [cts]	FWHM [°2 θ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.4539	796.04	0.9446	16.20429	100.00
20.9911	110.84	0.0787	4.23221	13.92
22.1568	69.95	0.0984	4.01212	8.79
23.6764	25.15	0.2362	3.75795	3.16
24.3576	46.81	0.1968	3.65437	5.88
25.5437	22.59	0.2362	3.48731	2.84
26.7647	611.56	0.1378	3.33093	76.83
28.0725	161.22	0.0984	3.17865	20.25
30.4606	22.36	0.4723	2.93467	2.81
35.1228	27.32	0.3149	2.55508	3.43
36.6833	45.22	0.1574	2.44989	5.68
39.6109	36.95	0.1968	2.27531	4.64
40.4217	16.35	0.2362	2.23152	2.05
42.5738	45.30	0.1574	2.12357	5.69
45.9212	19.84	0.2362	1.97627	2.49
50.2627	85.16	0.1574	1.81527	10.70
55.1807	8.97	0.4723	1.66456	1.13
60.0764	47.47	0.1574	1.54010	5.96
61.8487	10.53	0.7680	1.49891	1.32

Anchor Scan Parameters

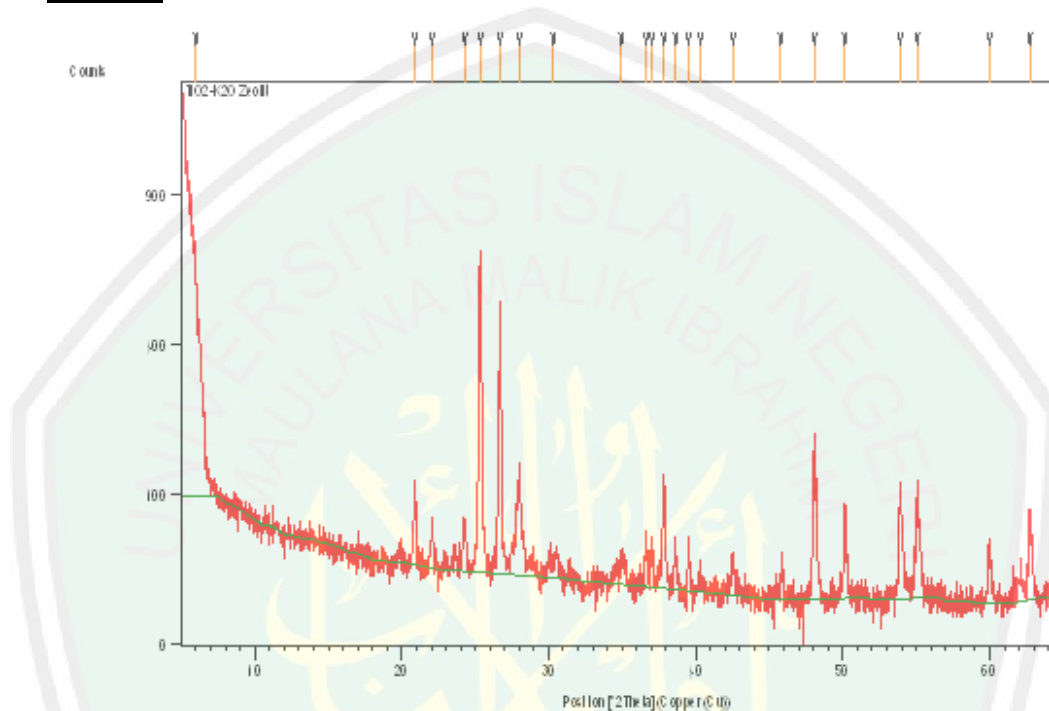
Dataset Name: TiO₂-K₂O/Zeolit
 File name: E:\X'Pert Data\2016\NON UM\UIN\YEYEN uin\060916\TiO₂-K₂O Zeolit.xrdml
 Sample Identification: TiO₂-K₂O Zeolit
 Comment: Configuration=Stage Flat Samples, Owner=User-1, Creation date=9/15/2009 2:20:30 PM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=PW3071/xx Bracket
 Diffractometer system=XPRT-PRO
 Measurement program=5-65 35 MIN, Owner=User-1, Creation date=9/6/2016 3:19:01 PM
 0.02/0.7
 Measurement Date / Time: 9/6/2016 3:24:16 PM
 Operator: State Univ of Malang
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 5.0100
 End Position [°2Th.]: 64.9900
 Step Size [°2Th.]: 0.0200
 Scan Step Time [s]: 0.7000
 Scan Type: Continuous
 Offset [°2Th.]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.9570
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Receiving Slit Size [mm]: 0.1000
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 35 mA, 40 kV
 Diffractometer Type: 0000000011063758
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 91.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: No

Document History

Default properties:
 - Measurement step axis = "None"
 - Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
 - Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
 - Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
 - Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
 - Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
 - Original K-Beta wavelength = "1.39225"
 - Used K-Beta wavelength = "1.39225"
 - Dist. focus to div. slit = "91.00000"
 - Irradiated length = "10.00000"
 - Spinner used = "No"
 - Linear detector mode = "None"
 - Length linear detector = "2"
 - Step axis value = "0.00000"
 - Offset = "0.00000"
 - Sample length = "10.00000"
 - Modification time = "9/7/2016 3:02:09 PM"
 - Modification editor = "State Univ of Malang"

Search Peaks:

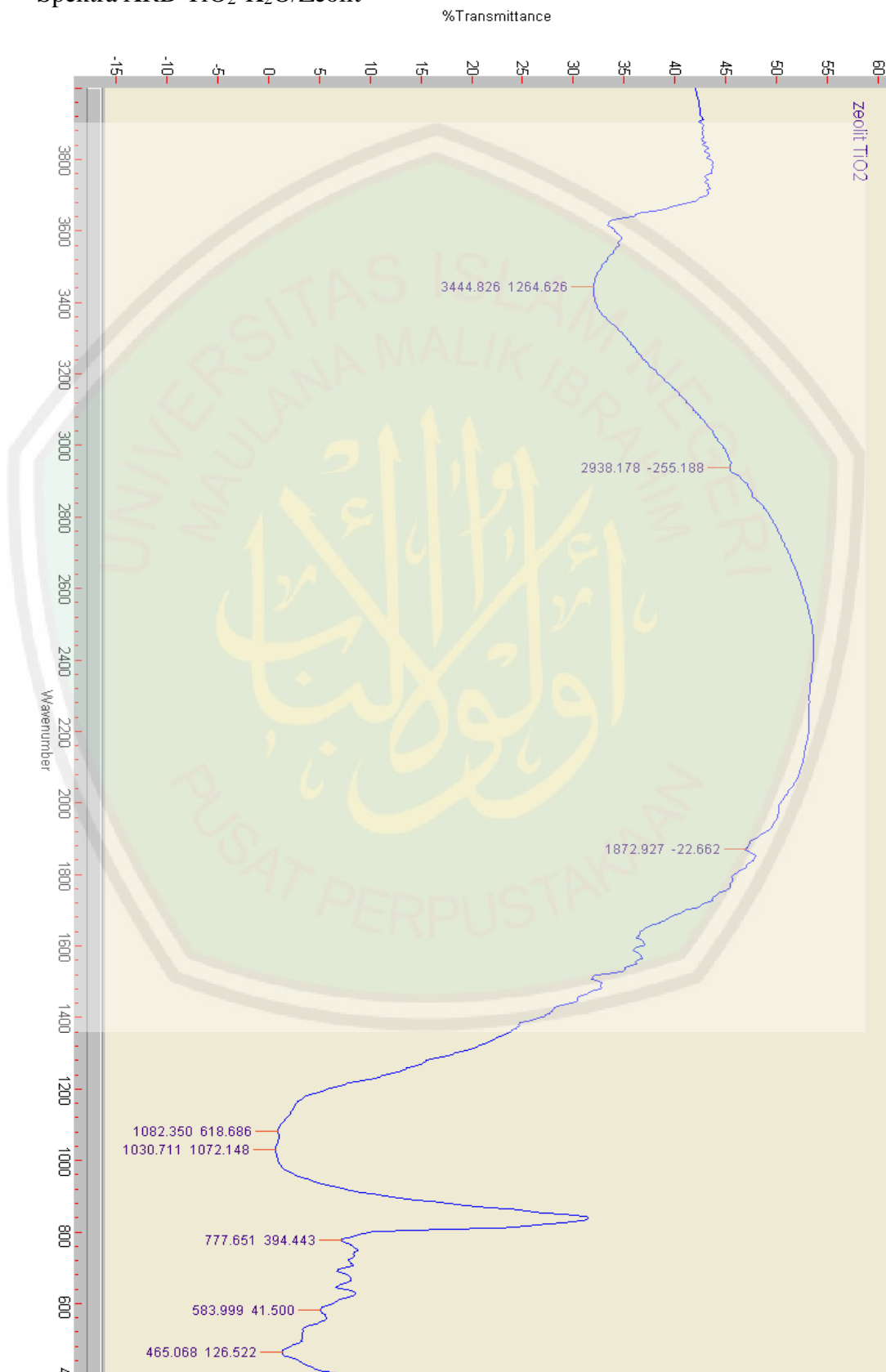
- Minimum significance = "2.00"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1.00"
- Peak base width = "2.00"
- Method = "Top of smoothed peak"
- Modification time = "8/3/2016 3:39:27 PM"

Graphics**Peak List**

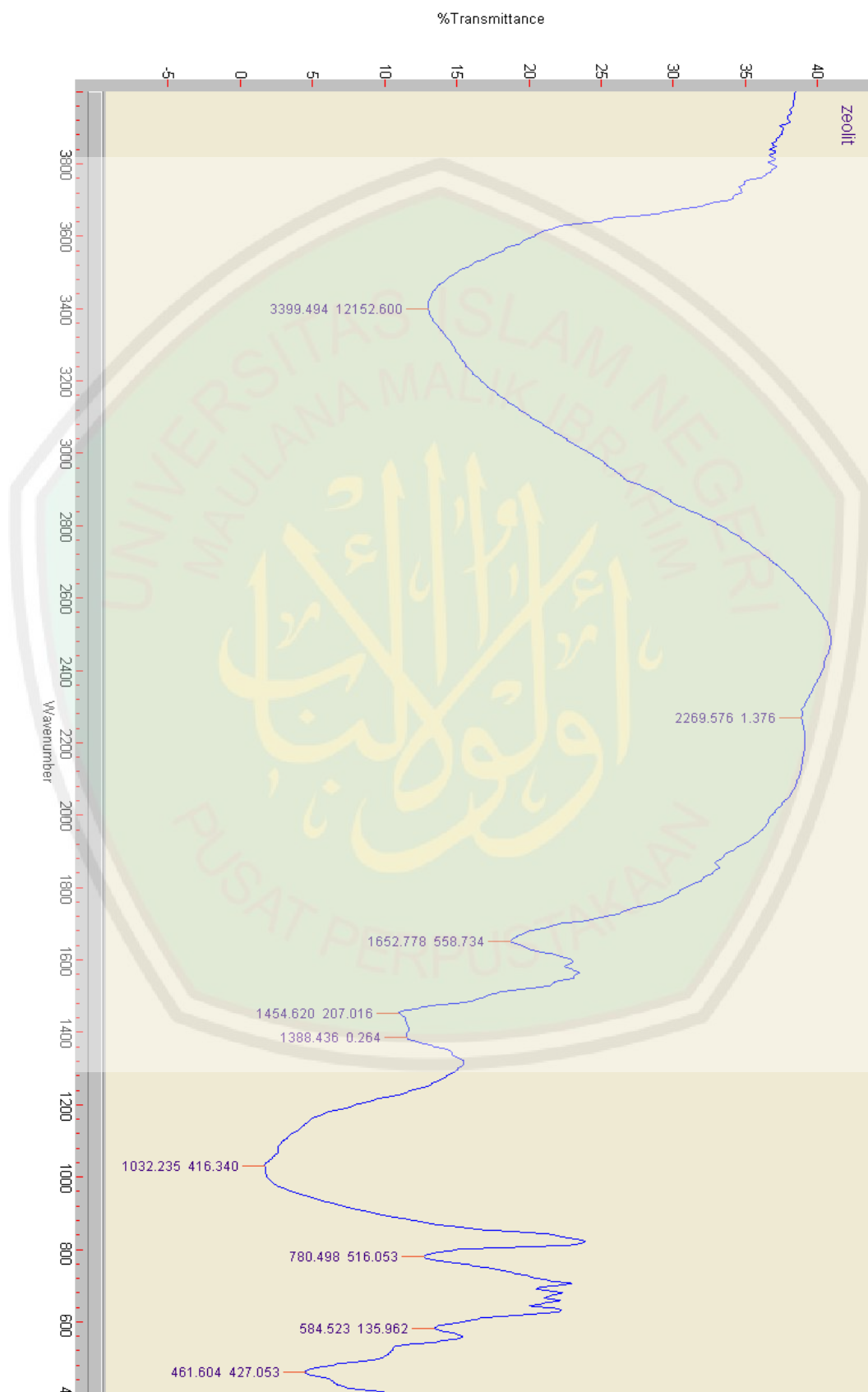
Pos. [°2 θ .]	Height [cts]	FWHM [°2 θ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.9670	495.33	0.6298	14.81197	75.85
20.8901	73.29	0.1181	4.25245	11.22
22.0519	43.06	0.1574	4.03096	6.59
24.2654	44.04	0.1574	3.66804	6.74
25.3428	653.06	0.1574	3.51449	100.00
26.6775	474.13	0.1378	3.34162	72.60
27.9880	116.02	0.1181	3.18806	17.77
30.3122	9.92	0.7872	2.94871	1.52
34.9475	12.62	0.6298	2.56749	1.93
36.6128	38.78	0.1574	2.45444	5.94
37.0064	31.59	0.1574	2.42924	4.84
37.8430	106.93	0.0787	2.37743	16.37
38.6262	34.62	0.1181	2.33102	5.30
39.5273	22.75	0.1574	2.27993	3.48
40.3243	11.32	0.2362	2.23669	1.73
42.5295	23.09	0.1574	2.12568	3.54
45.8037	10.23	0.4723	1.98106	1.57
48.0854	176.34	0.0984	1.89225	27.00
50.1666	76.74	0.0787	1.81852	11.75
53.9423	95.29	0.2755	1.69981	14.59
55.0932	112.86	0.0787	1.66700	17.28
60.0005	35.71	0.1181	1.54186	5.47
62.7247	73.33	0.1200	1.48007	11.23

Lampiran 7: Data FTIR Komposit

Spektra XRD TiO₂-K₂O/Zeolit

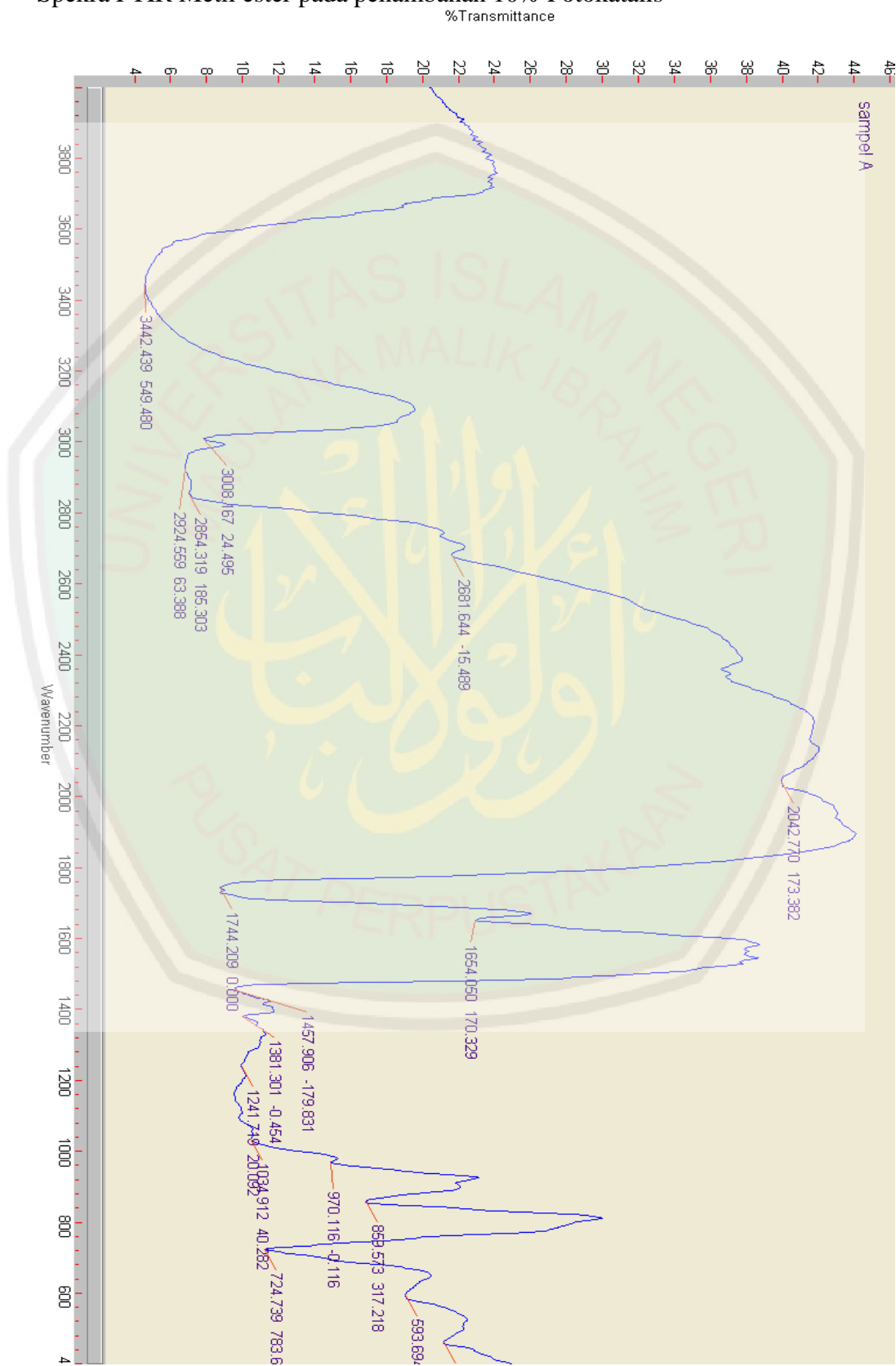


Spektra XRD K₂O/Zeolit

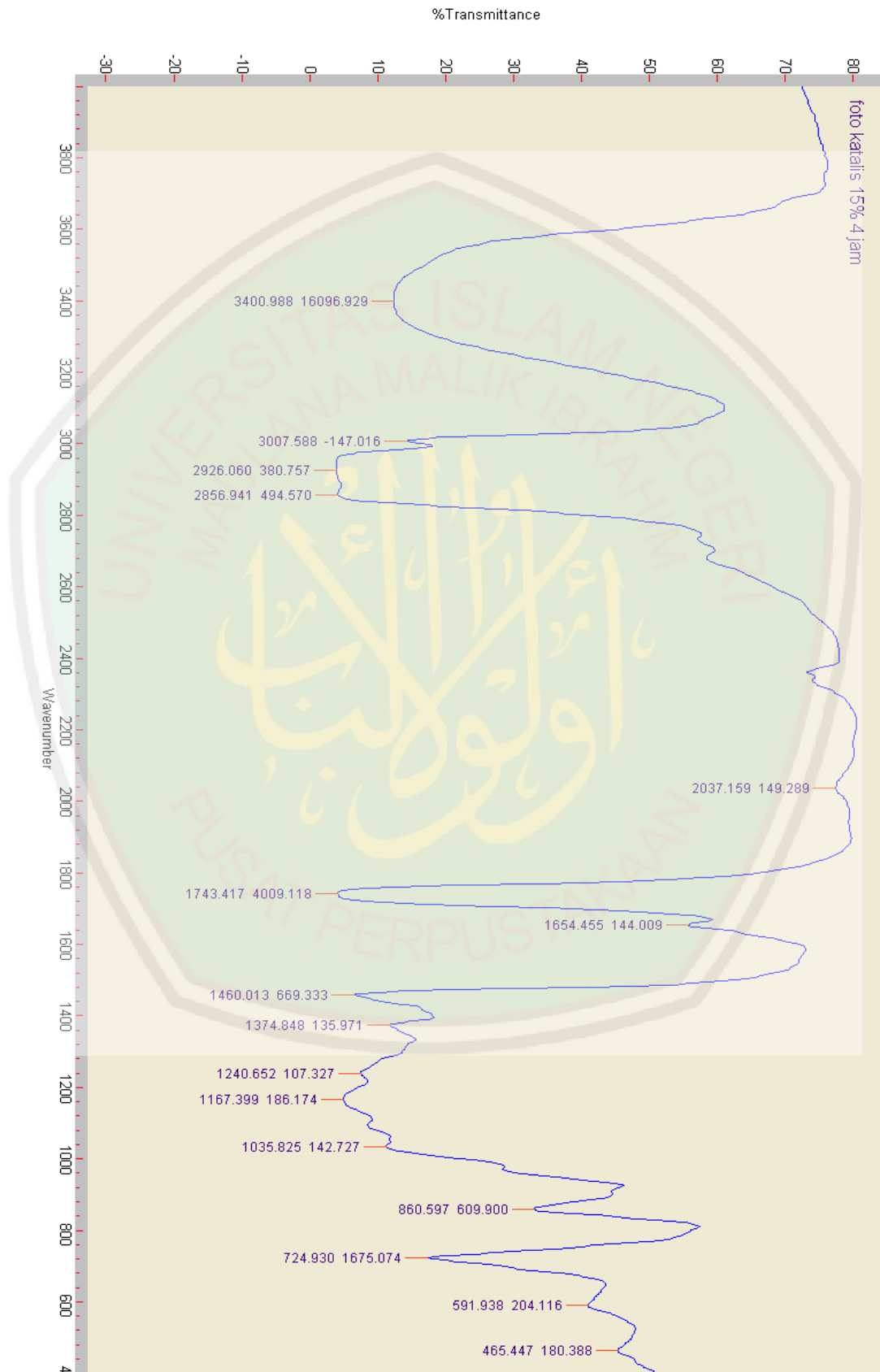


Lampiran 8: Data FTIR Metil Ester (Biodiesel)

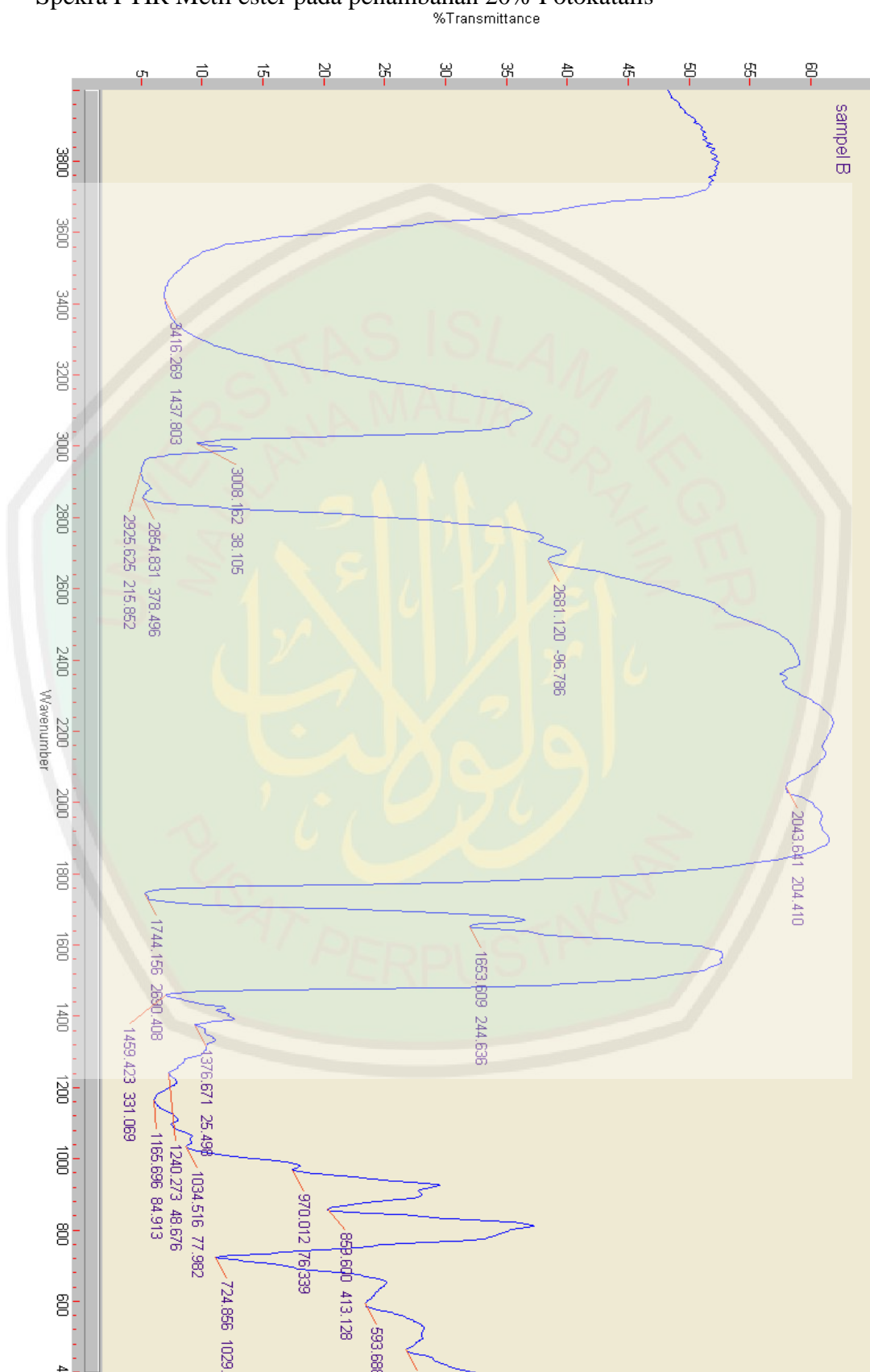
Spektra FTIR Metil ester pada penambahan 10% Fotokatalis



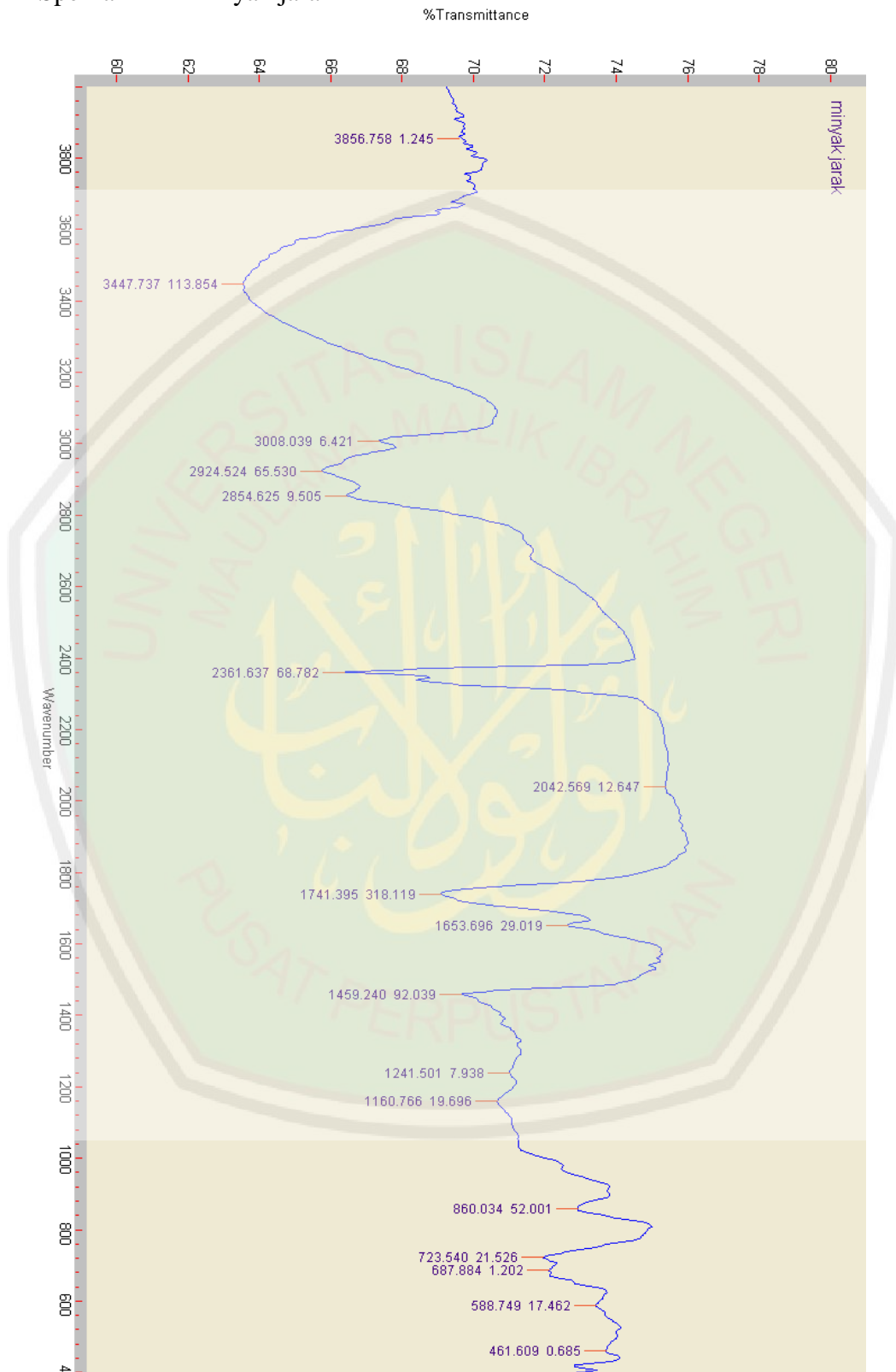
Spektra FTIR Metil ester pada penambahan 15% Fotokatalis



Spektra FTIR Metil ester pada penambahan 20% Fotokatalis



Spektra FTIR Minyak jarak





KEMENTERIAN AGAMA RI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

JURUSAN KIMIA

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933
www.uin-malang.ac.id Email: info uin@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama
NIM
Judul Skripsi

: Mohammad Lutfi Alpiam
: 12630055
: Pengaruh Variasi Penambahan komposit
: Poliakrilat, TiO₂ anates - K₂O / Zeolit Pada
: Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak untuk
: Proses Pembuatan Biodiesel
: Suci Ananda, M.Sc
: Susi Nurul Huda Lufah

Pembimbing Utama
Pembimbing Agama
Konsultan

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Isi dan tanggan (Pembimbing)
1	15/3/16	BAB III		
2	24/3/16	Judul		
3	8/4/16	BAB I		
4	11/4/16	BAB I		
5	28/4/16	BAB II		
6	13/5/16	BAB I, II, III		
7	24/5/16	BAB III		
8	2/6/16	perhitungan		
9	13/6/16	BAB II		
10	20/6/16	Dapus		
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17				
18				
19				
20		Rix AM		

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

